

MARCELO GONÇALVES HÖNNICKE

**AUTODETECÇÃO DA CONDIÇÃO DE BRAGG EM
DETECTOR DE RAIOS X E SUA APLICAÇÃO
EM RETRODIFRAÇÃO**

Dissertação apresentada como requisito parcial
à obtenção do grau de Mestre, pelo Programa
de Pós-Graduação em Física, do Setor de Ciências
Exatas da Universidade Federal do Paraná.

Orientador: Prof. Dr. Irineu Mazzaro

CURITIBA

2002

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
SETOR DE CIÊNCIAS EXATAS
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA**

ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

MARCELO GONÇALVES HÖNNICKE

**Título : “Autodetecção da Condição de Bragg em Detector de Raios X e sua
Aplicação em Retrodifração”**

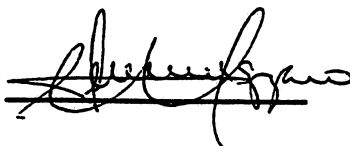
Em sessão pública, iniciada às quatorze horas, nesta data, após um Seminário sobre o assunto de sua tese sob o título acima, e posterior arguição por esta banca examinadora, esta decidiu atribuir ao candidato conceito global A.

Banca Examinadora:

Assinatura

Conceito

**Prof. IRINEU MAZZARO
(Orientador/Presidente)
(UFPR)**



A

**Prof. MIGUEL ABBATE
(UFPR)**

MIGUEL ABBATE

A

**Prof. CARLOS GILES
(UNICAMP)**



A

Curitiba, 15 de fevereiro de 2002

Dedico este trabalho aos meus pais,

Ionilda e Ilário

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Irineu Mazzaro pela orientação não só no desenvolvimento deste trabalho, mas desde os tempos de iniciação científica.

Ao Prof. Cesar Cusatis pelas sugestões, discussões, apoio e incentivo no decorrer do trabalho.

Ao Colega físico e Doutorando MSc. Edson M. Kakuno pelas sugestões e ajuda no desenvolvimento da eletrônica envolvida no trabalho.

À Capes pela Bolsa de Estudos.

Ao PRONEX/CNPq pelo financiamento parcial do trabalho.

À colega Doutoranda Adriana F. Lubambo pelo apoio na elaboração do trabalho.

Ao colega Paulo E. Narciso de Souza pela amizade, apoio, sugestões e discussões nas etapas preliminares do trabalho.

À todos os responsáveis pela infra-estrutura oferecida pelo Laboratório de Óptica de Raios-X e Instrumentação (LORXI), onde foi possível a total realização deste trabalho.

Ao Sr. Douglas Sergey Domingues da Silva da Oficina de apoio à Pesquisa do Departamento de Física pelo apoio na confecção de alguns dos dispositivos mecânicos utilizados no experimento.

À secretária Lucimara Andreolli pelo auxílio competente na resolução de problemas burocráticos.

Aos meus pais Ilário Hönnicke e Ionilda Gonçalves Hönnicke pelo grande apoio que sempre me foi dado no decorrer da minha vida e de minha formação acadêmica.

Aos demais colegas e Professores do LORXI que contribuíram de uma forma positiva para a realização deste trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	VII
LISTA DE TABELAS	X
RESUMO.....	XII
ABSTRACT	XIII
1. INTRODUÇÃO	1
2. TEORIA	4
2.1 TEORIA DINÂMICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	4
2.1.1 Fator de extinção.....	5
2.1.2 Refletividade em Caso Bragg para cristal Semi-infinito	7
2.2 FÍSICA DE DETECTORES.....	10
2.2.1 Modos de Operação de Detectores	10
2.2.2 Detectores de Diodos Semicondutores	11
2.2.3 Junção Semicondutora.....	12
2.2.4 Tensão Inversa.....	12
2.2.5 Junção PIN.....	13
3. CARACTERIZAÇÃO DO DETECTOR SEMICONDUTOR.....	14
3.1 SELEÇÃO DO DETECTOR SEMICONDUTOR.....	14
3.2 CARACTERÍSTICAS DO DP UTILIZADO	15
3.3 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DO DETECTOR DIODO PIN (DP).....	18

4. MEDIDAS DOS PERFIS DE DIFRAÇÃO (PD'S) E DE DIMINUIÇÃO DE CONTAGEM (PDC'S) DO DETECTOR DIODO PIN (DP)26

4.1 MONTAGEM NO ARRANJO NÃO DISPERSIVO	26
4.2 AVALIAÇÃO DA CAMADA DE DEPLEÇÃO.....	33
4.3 MONTAGEM EXPERIMENTAL UTILIZANDO DISPOSITIVO 4 CRISTAIS (4C).....	37
4.3.1 Utilização do 4C Ge (220).....	37
4.3.2 Utilização do 4C Si(220)	41

5. PERFIS DE DIMINUIÇÃO DE CONTAGEM (PDC'S) EM ÂNGULOS PRÓXIMOS À $\pi/2$45

5.1 MEDIDAS PRELIMINARES COM O MONOCROMADOR 4C Si(220).....	45
5.2 MEDIDAS COM O MONOCROMADOR 4C Si (220) INSTALADO SOBRE OS EIXOS DO DIFRATÔMETRO DE DUPLO CRISTAL.....	52
5.2.1 Varredura e seleção da energia incidente sobre o Detector Diodo PIN (DP) utilizando o dispositivo monocromador 4C.....	53
5.2.2 Medidas dos Perfis de Diminuição de contagem (PDC's) em $\pi/2$	57

6. CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....62

APÊNDICE A- ALGUNS PARÂMETROS E DESENVOLVIMENTOS DA TEORIA DINÂMICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X65

A.1 PARÂMETROS γ_0 E γ_H	65
A.2 RELAÇÃO ENTRE Y E A VARIÁVEL ANGULAR η	65
A.3 DESENVOLVIMENTO E PARÂMETROS DO FATOR DE EXTINÇÃO	66

A.4 EXPRESSÕES ÚTEIS PARA O CASO DE DIFRAÇÃO EM ÂNGULOS PRÓXIMOS E EXATAMENTE À $\pi/2$	69
A.5 EXPRESSÃO GERAL PARA O PARÂMETRO γ	70
A.6 LARGURA DOS PERFIS DE DIFRAÇÃO (OU CURVAS DE REFLETIVIDADE) PARA ÂNGULOS PRÓXIMOS À $\pi/2$	70
A.7 LEI DE BRAGG PARA $\theta_0 \approx \pi/2$	71
APÊNDICE B - MONOCROMADOR QUATRO CRISTAIS (4C).....	72
APÊNDICE C - PROGRAMA DESENVOLVIDO EM LINGUAGEM PASCAL PARA OBTENÇÃO DOS PERFIS TEÓRICOS DO FATOR DE EXTINÇÃO E DA REFLETIVIDADE.....	78
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	85

LISTA DE FIGURAS

Fig.1: Fator de extinção (σ_e) para Si(220), CrK β à 298K e polarização σ	7
Fig. 2: Perfil de Difração teórico para cristal espesso considerando absorção. Os cálculos foram feitos para Si(220), usando CrK β , T=298K e polarização σ	8
Fig.3: Esquemas de operação do modo Corrente (integral).	11
Fig.4: Esquema de operação no modo Pulso (contagem de fótons).....	11
Fig. 5: Superfície do DP. As partes em rosa estão cobertas por dióxido de silício, os quadros em vermelho representam os capacitores e os FET's, em azul as regiões cobertas com alumínio e em verde somente o monocristal de silício.	16
Fig.6: Esquema básico do circuito eletrônico do Detector diodo PIN [19].....	17
Fig.7: Representação esquemática das conexões utilizadas no DP.	17
Fig. 8: Representação esquemática do arranjo não dispersivo.	19
Fig. 9: Perfis de difração Si(333) para diferentes pixels do DP. (1) Pixel 1, (2) Pixel 2, (3) Pixel 3 e (4) Pixel 4.....	19
Fig.10: Arranjo experimental para realização da Topografia Duplo Cristal.	21
Fig.11: Perfis de difração c/ monocromador assimétrico (arranjo para topografia duplo cristal). (1) DP Si (333), (2) Cristal perfeito Si(333).....	21
Fig.12:Topografia Duplo Cristal do Cristal detector diodo PIN.	22
Fig.13:Representação esquemática da mesa de translação elástica para topografia de Raios x. No detalhe o dispositivo de correção (elo fraco).	23
Fig.14: Esquema experimental para topografia de Lang.	23
Fig.15: Topografia de Lang do Detector Diodo PIN.....	24
Fig. 16: Esquema da detecção simultânea do DP e do Cintilador.....	27

Fig.17: Medidas realizadas com o arranjo não-dispersivo. (a) Contagens no detector PIN, (b) Contagens no detector cintilador, (1) difratando Si (111)(30kV 10mA) e (2) difratando Si(333) (40kV 30mA). Medidas utilizando pixel 4 c/ $\text{CuK}\alpha_1$	28
Fig.18: (1) Profundidade de extinção ($1/\sigma_e$) e (2) Fatores de extinção (σ_e), para Si “perfeito” $\text{CuK}\alpha_1$, 298K e polarização σ . Para os planos: Si(111), Si(333) e Si(444).....	31
Fig.19: Medidas: (a) PDC's do DP e (b) PD's do DP. Si(111) para diferentes tensões de polarização inversa, utilizando pixel 4 e arranjo não dispersivo com monocromador simétrico.....	34
Fig. 20: Representação esquemática de: (a) profundidade de extinção (condição de difração) e (b) profundidade de penetração (fora da condição de difração) dos Raios x.....	36
Fig.21: Representação esquemática da primeira montagem com arranjo 4C.....	38
Fig.22: (a) PDC's do DP e (b) PD's do DP. Utilizando $\text{CuK}\alpha_1$, 4C Ge (440). (1) Difração dos planos Si(111) (2) Difração dos planos Si(333).	39
Fig.23: Perfis de caracterização do dispositivo 4C Si (220), utilizando um monocristal de Si “perfeito” difratando os planos (111), (333) e (444), com $\text{CuK}\alpha_1$	41
Fig.24: PDC's (a), e PD's (b), do DP. (1) Si(111), (2) Si(333) e (3) Si(444) c/ 4C Si(220) e $\text{CuK}\alpha_1$ 40kV 20mA.	43
Fig.25: PDC do DP. Si(333) c/ 4C Si(220): (1) utilizando Cr $\text{K}\beta$ e (2) utilizando "Bremstrahlung" próximo (na direção de energias mais baixas) da linha Cr $\text{K}\beta$, ângulo de difração de aproximadamente $\pi/2$	46
Fig.26: Representação esquemática do dispositivo 4C utilizando um parafuso micrométrico.....	48

Fig.27: PDC's do DP. Si(333) c/ 4C Si(220), utilizando "Bremstrahlung" próximo (na direção de mais baixas energias $\sim 5,940\text{keV}$) da linha Cr K β , difratando próximo de $\pi/2$ à 298K. O erro na determinação angular dos perfis ficou por conta do ajuste da curva e foi de aproximadamente $0,01^\circ$	50
Fig.28: Representação esquemática utilizando os quatro cristais sobre o difratômetro de duplo cristal e o DP sobre o eixo de um segundo difratômetro.	53
Fig. 29: (1) Varredura angular em θ do DP difratando os planos Si (333) com CrK β , (2) Varredura em energia sobre o DP fixo na posição de difração para CrK β , (a) Contagens DP (PDC); (b) Contagens Detector Cintilador (PD).	55
Fig. 30: (1) PDC do DP difratando os planos Si (333) com Cr ("Bremstrahlung") (varredura angular em θ), (2) Varredura em energia sobre o DP fixo na posição (1).....	56
Fig. 31: Análise do Espectro de energia do 4C Si220 para $\lambda=0,209010\text{ nm}$ $\approx 50\text{eV}$ da raia Cr K β (40kV 15mA).....	57
Fig. 32: PDC's do DP em retrodifração para os planos Si(333) c/ "Bremstrahlung" próximo da linha Cr K β à $300\text{K} \pm 0,2\text{K}$	58
Fig. 33: Consequência da variação do ângulo χ nos PDC's do DP em retrodifração para os planos Si(333) com "Bremstrahlung" ($\lambda=0,209010\text{ nm}$).....	60
Fig.B1: Diagrama esquemático do arranjo 4C, (+,-,-,+) conforme nomenclatura de Dumond [25].....	73
Fig.B2: Diagrama de Dumond para CrK β , 4C Si220.	73
Fig. B3: Diagrama esquemático do arranjo 4C mais o quinto cristal: (a) Arranjo (+,-,-,+,-), (b) Arranjo (+,-,-,+,+).	75
Fig.B4: Diagrama de Dumond para o arranjo 5C, CrK β , 4C Si220 com 5°C Si333, esquema (+,-,-,+,+,-).	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Largura à meia altura (LMA) e largura teórica (LT) dos perfis de difração Si(333) do detector diodo PIN para diferentes pixéis no arranjo não dispersivo, referente à fig.9.	20
Tabela 2: Contraste de diminuição da contagem ($[I_{\text{máx.}}-I_{\text{mín.}}]/I_{\text{máx.}}$), largura à meia altura do PDC do DP (LMA), largura à meia altura dos PD's (LMA) e largura à meia altura teórica dos PD's (LT) calculada pela equação (2.8) para $\text{CuK}\alpha_1$ e polarização σ a 298K, dos planos Si(111) e Si(333) no arranjo não dispersivo e $\text{CuK}\alpha_1$, referente à fig.17.....	29
Tabela 3: Fator de extinção (σ_e) obtido da equação (2.4) para $y=0$, profundidade de extinção($1/\sigma_e$), fator de atenuação normal à superfície ($\sigma=\mu/\gamma_0$) e profundidade de penetração para diferentes planos de difração e comprimentos de onda (λ). Valores calculados com polarização σ e 298K.	32
Tabela 4: Contraste de diminuição da contagem ($[I_{\text{máx.}}-I_{\text{mín.}}]/I_{\text{máx.}}$), largura à meia altura dos PDC's do DP (LMA) e largura à meia altura dos PD's do DP (LMA) para planos Si(111) com monocromador simétrico e $\text{CuK}\alpha_1$, variando a tensão de polarização inversa de 10V a 80V, referente à fig. 19.....	35
Tabela 5: Divergência ($\Delta\theta_{\text{div}}$) e cromaticidade ($\Delta\lambda$) para os dispositivos 4C nas diferentes energias utilizadas.....	37
Tabela 6: Contraste de diminuição da contagem ($[I_{\text{máx.}}-I_{\text{mín.}}]/I_{\text{máx.}}$), largura à meia altura do PDC do DP (LMA), largura à meia altura do PD do DP (LMA) para os planos Si(111) e Si(333) com 4C Ge(440) e $\text{CuK}\alpha_1$, referente à fig.22.	39

Tabela 7: Largura a meia altura (LMA) e Razão das intensidades dos perfis de difração (I/I_0) para Si “perfeito” utilizando 4C Si(220) com $\text{CuK}\alpha_1$, para os planos de difração (111),(333) e (444), referente à fig.23. Os valores teóricos foram obtidos para polarização σ a 298K.	42
Tabela 8: Contraste de diminuição da contagem ($[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$), largura à meia altura dos PDC's do DP (LMA), largura à meia altura dos PD's do DP (LMA) dos planos Si(111), Si(333) e Si(444) com 4C Si(229) e $\text{CuK}\alpha_1$, referente à fig.24.....	43
Tabela 9: Contraste de diminuição da contagem ($[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$), largura à meia altura do detector diodo PIN (LMA), largura à meia altura dos perfis de difração (LMA) dos planos Si(333), com duas diferentes energias incidentes, referente à fig.25.	46
Tabela 10: Largura à meia altura dos PDC's do DP (LMA) dos planos Si(333) na região de retrodifração referente à fig.27.	50
Tabela 11: Comprimento de onda, ângulo de difração, contraste de diminuição da contagem ($[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$), largura à meia altura dos PDC's do DP(LMA) dos perfis referentes à fig.32. Os valores marcados com X indicam medidas de difícil avaliação quantitativa. As incertezas são principalmente devido ao ajuste das curvas.	59

RESUMO

Quando Raios x são detectados utilizando detectores de estado sólido monocristalinos (Ge, Si, CdTe, etc.), um plano de Bragg deste detector pode estar na condição de difração para o comprimento de onda do feixe incidente sobre ele. Em uma primeira aproximação, a energia que está sendo difratada (feixe h) é subtraída da intensidade detectada, transformando o cristal em detector e difrator, simultaneamente. Neste trabalho um detector diodo PIN de Si, com os planos (111) paralelos à superfície do cristal, foi utilizado para mostrar este efeito medindo-se a intensidade de um feixe de Raios x monocromático quando o cristal detector está fora e na condição de Bragg da família dos planos (111) para o comprimento de onda incidente. Em um difratômetro de duplo cristal no arranjo não dispersivo (+,-), um monocristal Si(111) foi utilizado como primeiro cristal (monocromador) e o cristal do detector diodo PIN como segundo cristal utilizando $\text{CuK}\alpha_1$. Girando angularmente o segundo cristal, que é o detector, a intensidade que estava sendo detectada diminuía até 50% quando o feixe incidente estava na condição de Bragg para os planos (111) do detector. Este efeito foi utilizado para desenvolver uma nova técnica para detectar o feixe h quando o ângulo de difração é exatamente 90° , ou seja, quando o feixe difratado está exatamente sobre o feixe incidente. Então, um monocromador 4-cristais Si (220) foi utilizado para selecionar, da radiação branca do tubo de Raios x, o comprimento de onda correto para o cristal detector satisfazer a condição $\lambda = 2 d_{333}$, que é a condição perfeita para retrodifração dos planos (333) do detector de Si. A taxa de contagem diminuiu quando o cristal detector foi girado angularmente em torno de 90° . Este é um método alternativo ao método do detector semitransparente usado até agora para detectar exatamente o feixe h retrodifratado.

ABSTRACT

When X-rays are detected with single crystal solid state detectors (Ge, Si, CdTe, etc.) a Bragg plane of this detector crystal may, eventually, be in diffracting condition for the wavelength of the incident beam. In a first approach, the energy that is then being diffracted (h-beam) is subtracted from the detected intensity converting the crystal in a self-detecting diffractor. In this work a PIN-diode Si detector, with (111) planes parallel to the crystal surface, was used to show this effect by measuring the intensity of a monochromatic X-rays beam when the detecting crystal is in and out of the Bragg condition for those planes and for the incident wavelength. In a double-crystal diffractometer in the non-dispersive setting (+,-), a perfect (111) single crystal was used as first crystal (monochromator) and the crystal of the PIN diode detector as the second crystal, with $\text{CuK}\alpha_1$ radiation. Rocking the second crystal, that is, the detector, the intensity that was being detected decreased by as much as 50% when the incident beam was in Bragg condition for the (111) planes of the detector. This effect was used to develop a new technique to detect the h-beam when the diffraction angle is exactly 90 degrees, that is, when the diffracted beam is coincident with the incident beam. So, in a dispersive set-up, a Si (220) 4-crystal monochromator was used to select from the tube white radiation the correct wavelength for the crystal of the detector to fulfill the condition $\lambda = 2d_{333}$, that is, perfect back diffraction condition for the (333) planes of the silicon detector. The counting rate decreased when the detector crystal was rocked through the 90° Bragg angle. This is an alternative method to the semitransparent detector method used until now to detect the exactly backdiffracted h-beam.

1. Introdução

Detectores de Raios x construídos com monocristais de Si ou Ge vêm sendo utilizados há algumas décadas. Sua principal característica é permitir uma alta resolução em energia quando comparados com outros detectores de estado sólido (cintiladores) ou mesmo detectores a gás.

Atualmente vários tipos de detectores utilizando monocristais semicondutores estão sendo desenvolvidos, a exemplo: a simples junção “p-n”, “p-i-n”, APD’s (“avalanche photodiodes”) e CCD’s (“charge coupled device”). Embora com características diferentes, todos tem o mesmo princípio de funcionamento, que é a geração de um par elétron-buraco quando um fóton é absorvido.

O fato do meio onde ocorre a absorção do fóton ser um monocristal e, portanto, existir a possibilidade de ocorrer a difração da radiação incidente nos planos cristalinos deste detector, leva à seguinte pergunta: O que ocorre com a taxa de contagem do detector quando o feixe de Raios x, sobre ele incidente, está em condição de difração para os planos cristalinos do mesmo? Responder esta questão, estudar o comportamento da intensidade difratada pelos planos cristalinos de um semicondutor detector, procurando correlacionar com a intensidade por ele registrada e, buscar uma possível aplicação onde o efeito possa ser utilizado, é objetivo deste trabalho.

A princípio, qualquer detector de estado sólido monocristalino poderia ser utilizado neste estudo. Na literatura foram encontrados três artigos [1],[2] e [3] onde foi apresentado o comportamento da intensidade registrada por um detector quando um de seus planos cristalinos está fora e na condição de difração. Esses trabalhos utilizam o detector operando no modo corrente, mostrando uma diminuição da mesma, quando ocorre difração.

No presente trabalho é mostrada a autodetecção da condição de difração utilizando um detector diodo PIN (DP) Si(111) (4 pixéis). Esse detector é operado no modo pulso (contagem de fótons) com tensão de polarização inversa externa de 80V aplicada (detector completamente depletado). Diferentemente de [1],[2] e [3] que utilizaram o modo corrente (modo integral) sem tensão inversa externa aplicada.

O efeito de diminuição de contagem do DP (atuando como detector e difrator, simultaneamente) é mostrado utilizando os arranjos de cristais não dispersivo e ligeiramente dispersivo, isto é, utilizando 5 cristais (4 cristais como monocromador e, detector como analisador). Nos trabalhos anteriormente citados foram utilizados apenas o arranjos não dispersivo com monocromador simétrico [3] e assimétrico [1] e [2].

Uma aplicação deste efeito, citada em [4], foi sua utilização no controle de posicionamento de um dos cristais monocromadores de luz síncrotron (no arranjo não dispersivo), nesse caso, o segundo cristal era um DP operado em modo corrente devido ao alto fluxo de fótons.

Neste trabalho, apresenta-se uma nova aplicação onde o efeito de diminuição de contagem possa ser útil: a autodetecção da difração em ângulos próximos e exatamente à $\pi/2$ para os planos Si(333) do DP. Na literatura foi encontrada apenas uma maneira de detectar a difração de Raios x em ângulos exatamente à $\pi/2$: utilizando a técnica do detector semitransparente, com câmara de ionização [5] ou com um cristal semitransparente [6],[7]. Uma outra maneira da detecção da retrodifração foi descrita em [8], entretanto o método não possibilita a detecção de ângulos maiores que $89,7^\circ$ conforme dimensões reportadas pelo mesmo autor em [9].

Visando a caracterização do DP como monocristal, são mostrados perfis de difração para diferentes pixéis do detector difrator e topografias de duplo cristal e de Lang, as quais

mostram as tensões ($\Delta d/d$) presentes no detector diodo PIN.

A seqüência do trabalho é apresentada com um resumo sobre a parte teórica necessária para o desenvolvimento do presente trabalho. Inicia-se com a teoria dinâmica de difração de Raios x, abordando as curvas do fator de extinção e de refletividade (perfis de difração), sendo baseada em [10],[11] e [12]. Também é abordado nesse capítulo a física de detecção, mostrando os modos de operação de detectores, sendo utilizado como bibliografia a referência [13]. Na seqüência a parte experimental do trabalho, com escolha e características do detector utilizado, montagem experimental para obtenção dos perfis de difração (PD) e de diminuição de contagem (PDC) do DP e a utilização do monocromador 4C Si (220) para obtenção dos perfis de difração em ângulos próximos à $\pi/2$. Finalizando, as conclusões e sugestões para trabalhos futuros.

2. Teoria

2.1 Teoria Dinâmica de Difração de Raios x

Existem basicamente duas teorias que podem ser utilizadas para descrever a intensidade resultante da difração de Raios x por meios cristalinos. A mais conhecida, a teoria cinemática de difração de Raios x (TC), trata o espalhamento da onda eletromagnética incidente sobre cada elemento de volume da amostra como independente de outros elementos de volume. Geralmente, ela é utilizada quando se trabalha com materiais policristalinos. A outra é a teoria dinâmica de difração de Raios x (TD). Esta leva em conta todas as interações da onda eletromagnética com o meio cristalino. É utilizada quando se trabalha com a difração em monocristais perfeitos. Nesse caso, o campo de onda formado no meio monocristalino, consiste de um feixe incidente e demais feixes difratados, coerentemente acoplados. Neste trabalho é utilizada a aproximação de duas ondas, logo o acoplamento existente está entre feixe incidente (0) e somente um feixe difratado (h). Ainda utiliza-se a aproximação de onda plana monocromática, cristal centro-simétrico (silício e germânio) e semi-infinito, para difração no caso Bragg simétrico. Também utiliza-se a definição para polarização σ , como aquela paralela aos planos de difração e, para polarização π , aquela perpendicular aos planos de difração.

Um dos resultados da TD, para o caso e aproximação utilizados, é que o módulo dos vetores de onda (no meio monocristalino), na direção de incidência (0) e na direção de difração (h), diferem muito pouco do módulo do vetor de onda no vácuo e, as amplitudes das ondas difratadas (0 e h) são diferentes de zero, apenas em uma pequena região do espaço recíproco, onde existe o acoplamento entre as ondas.

Da TD, o que interessa para o desenvolvimento do presente trabalho são as curvas do

fator de extinção, as curvas de refletividade e suas larguras à meia altura (LMA), a forma completa da Lei de Bragg (FCLB) e a expressão para a resolução em energia obtida da derivação da FCLB. Todos esses parâmetros servem para análise dos resultados experimentais obtidos.

Para a faixa dos Raios x, o índice de refração de um meio qualquer difere muito pouco da unidade e, é nessa diferença que se encontra a física do processo de espalhamento dos Raios x pela matéria.. Frequentemente expressa-se o índice de refração por uma quantidade complexa, onde a parte real está associada ao desvio da trajetória do feixe de Raios x e, a parte imaginária ao fator de atenuação.

O fator de atenuação (μ), dentro da faixa de energia que envolve o presente trabalho, é dado por três contribuições que fazem parte do espalhamento inelástico da radiação: a absorção fotoelétrica (μ^f), a absorção por efeito Compton (μ^C) e a absorção por efeitos térmicos (fônons) (μ^T). Entretanto os dois últimos (μ^C e μ^T) são muito pequenos tal que, o fator de atenuação é aproximadamente igual à absorção fotoelétrica e pode ser escrito como:

$$\mu = -\frac{2\pi}{\lambda} \chi_{0i} \quad (2.1)$$

onde λ é o comprimento de onda da radiação incidente e χ_{0i} é a parte imaginária da susceptibilidade elétrica χ_0 .

2.1.1 Fator de extinção

Na condição de difração, para um meio monocristalino, o termo responsável pela atenuação do feixe dentro do material é conhecido como fator de extinção (σ_e). Ele é proporcional a parte imaginária do vetor de onda nesse meio e também é expresso em termos da posição angular na vizinhança onde ocorre difração.

Torna-se necessário definir duas quantidades: a profundidade de penetração e a

profundidade de extinção. Essas duas grandezas são definidas como a profundidade normal à superfície de entrada, na qual a intensidade do feixe de Raios x é atenuada de 1/e de seu valor inicial dentro do meio material. Para a profundidade de penetração o meio monocristalino está fora da condição de difração e, para a profundidade de extinção o meio monocristalino está em condição de difração. Para efeitos de comparação dessas duas profundidades, como consequência dos fatores de atenuação (μ) e de extinção (σ_e), define-se primeiramente o fator de atenuação em relação à normal à superfície de entrada e, este será chamado de (σ). Essa transformação é feita porque o fator de extinção (σ_e) também é definido dessa maneira. Logo, tem-se:

$$\sigma = \frac{\mu}{\gamma_0} \quad (2.2)$$

O fator γ_0 é definido no apêndice A.

Para avaliar o fator de extinção (σ_e) devemos recorrer primeiramente à escala y. Essa escala é utilizada para facilitar os cálculos do fator de extinção e da refletividade, que podem ficar em função de y, ou em função de uma variável angular. A transformação da variável y para a variável angular (η ou $\Delta\theta = \theta_0 - \theta$) encontra-se no apêndice A. Na nomenclatura adotada no presente trabalho, θ_0 é o ângulo de difração e θ é o ângulo de Bragg

Com objetivo de facilitar os cálculos com números complexos, divide-se a região de difração em três regiões na escala y: $y < -1$, $-1 < y < 1$ e $y > 1$. Logo o valor aproximado de σ_e nas regiões I e III ($y < -1$ e $y > 1$) adjacentes à região do máximo de difração, é:

$$\sigma_e^{I,III} = \frac{\mu}{\gamma_0} \left[\frac{y - \varepsilon}{\sqrt{y^2 - 1}} \right] \quad (2.3)$$

onde ε é a constante dielétrica. Para a região II ($-1 < y < 1$), que é a região do máximo de difração, teremos:

$$\sigma_e^{II} = \frac{\mu}{\gamma_0} \left[\frac{C|\chi_{hr}|}{|\chi_{oi}|} \sqrt{1-y^2} \left(1 + \frac{b^2}{8(1-y^2)} \right) \right] \quad (2.4)$$

onde C é o fator de polarização e χ_{hr} é a parte real da susceptibilidade elétrica χ_h (obtida a partir do fator de estrutura da difração do plano utilizado). Os demais argumentos da expressão (2.3) e (2.4), assim como seu desenvolvimento, estão apresentados no apêndice A. O gráfico do fator de extinção (σ_e), em função da escala angular $\Delta\theta$, é apresentado na fig.1. É importante notar que esse fator varia na condição do máximo de difração ($-1 < y < 1$), tendo seu valor máximo para $y = 0$. Para valores grandes do módulo de y , o fator de extinção tende ao valor do fator de atenuação em relação à normal à superfície (σ).

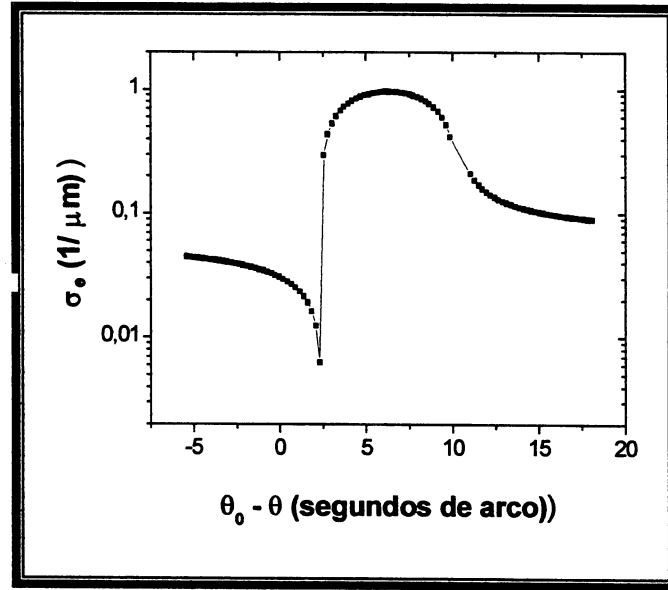


Fig.1: Fator de extinção (σ_e) para Si(220), CrK β à 298K e polarização σ .

2.1.2 Refletividade em Caso Bragg para cristal Semi-infinito

A refletividade, para um monocristal perfeito, é dada, de acordo com a TD, pela razão das amplitudes das ondas difratadas e, incidente no meio. A curva de refletividade é conhecida como curva de Darwin-Prince. Esta é dada pela seguinte expressão:

$$R = L - \sqrt{L^2 - 1} \quad (2.5)$$

Separando a parte real e a parte imaginária de y , introduz-se duas novas variáveis:

$$y_z = -\frac{\beta_r}{2C|\chi_{hr}|} \quad ; \quad g = -\frac{\beta_i}{2C|\chi_{hr}|} \quad (2.6)$$

onde β_i e β_r são as partes reais e imaginárias do parâmetro β apresentado no apêndice A. Com essas duas variáveis, a expressão para L é dada por:

$$L = \frac{\sqrt{\left(y_z^2 + g^2 - 1 + \left(\frac{|\chi_{hi}|}{|\chi_{hr}|}\right)^2\right)^2 + 4\left(y_z g - \frac{|\chi_{hi}|}{|\chi_{hr}|}\right)^2 + y_z^2 + g^2}}{1 + \left(\frac{|\chi_{hi}|}{|\chi_{hr}|}\right)^2} \quad (2.7)$$

A constante χ_{hi} é a parte imaginária da susceptibilidade elétrica χ_h . Uma curva de refletividade típica é mostrada no gráfico da fig.2 em função da variável angular $\Delta\theta$.

Uma grandeza importante é a largura à meia altura dos perfis de difração (ou das curvas de refletividade) dada por:

$$\Delta\eta = \frac{2C|\chi_h|}{\sin(2\theta)} \quad (2.8)$$

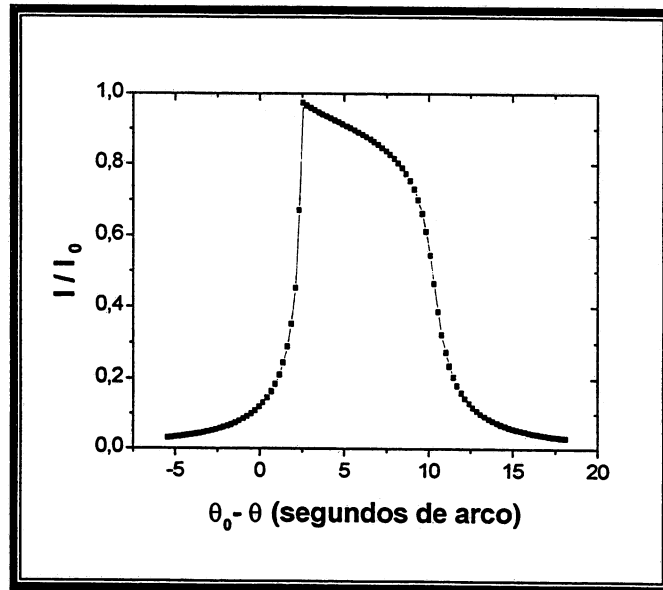


Fig. 2: Perfil de Difração teórico para cristal espesso considerando absorção. Os cálculos foram feitos para Si(220), usando CrK β , T=298K e polarização σ .

As expressões para o fator de extinção e para a refletividade em função de y valem tanto para o caso de difração normal quanto para o caso de retrodifração (difração à $\pi/2$). Basicamente, como proposto em [14], o que muda é só a relação da escala y com a escala angular. Uma consequência disso é que, no regime de retrodifração, a largura da curva de refletividade, ao invés de ser da ordem de alguns segundos de arco, como na maioria dos casos de difração por monocristais, passa a ser de alguns minutos de arco. Outra característica principal neste regime de difração é a alta resolução em energia e a alta sensibilidade dos perfis de difração com relação a variações do parâmetro de rede [14]. A largura da linha para $\theta_0=\pi/2$, por [14] é dada por:

$$\Delta\eta = 2(|\chi_h|)^{\frac{1}{2}} \quad (2.9)$$

Outra expressão que não deve deixar de ser mencionada, não só por sua utilização no desenvolvimento do trabalho, mas por sua importância, é a Lei de Bragg. A forma geral desta lei com a correção do índice de refração e para a posição angular do cristal dentro da região de reflexão total é dada conforme [12] por:

$$\lambda = 2d \sin(\theta_0) \left[1 + \frac{\chi_{0r}}{2} - \frac{y_z C |\chi_h|}{2} \right] \quad (2.10)$$

A partir de (2.10) chega-se a expressão para a resolução em energia para o caso Bragg dada por:

$$\left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \right)^2 = \left(\frac{\Delta d}{d} \right)^2 + (\cot g(\theta) \Delta\theta_{div})^2 + (-C |\chi_h|)^2 \quad (2.11)$$

Uma análise interessante pode ser feita para esta equação. No caso de cristal perfeito o primeiro termo do lado direito pode ser desprezado. Para ângulos próximos à $\pi/2$ o segundo termo também pode ser desprezado. Logo chega-se à afirmação anteriormente feita que a resolução em energia no regime de retrodifração é muito grande, ou seja, da ordem de χ_h .

2.2 Física de Detectores

Para entender a física de detecção é necessário um conhecimento da interação da radiação com a matéria.

Os detectores são construídos em função dos efeitos inelásticos observados na interação da radiação com a matéria. Na faixa de energia dos Raios x em que este trabalho se enquadra (de 5keV a 9keV), o efeito mais significativo é a absorção fotoelétrica.

Na maioria dos detectores, o resultado da interação da radiação com a matéria origina uma certa quantidade de carga elétrica (Q) no volume do detector que, em um modelo simplificado (ideal), apareceria em um intervalo de tempo (t) igual a zero. Normalmente a coleta das cargas é acompanhada por um campo elétrico (externamente aplicado) que faz com que as cargas positivas e negativas criadas pela radiação fluam em direções opostas. O tempo total de coleta das cargas varia de um detector a outro. Pode ser da ordem de milissegundos para câmaras de ionização até 10^{-9} s para diodos semicondutores[13].

2.2.1 Modos de Operação de Detectores

Os dois modos mais utilizados para operar detectores são o modo pulso (contagem de fótons) e o modo corrente (modo integral). Eles são operacionalmente distintos, mas estão relacionados através da dependência com que as cargas geradas no interior do meio detector são drenadas para o circuito externo.

No modo pulso a instrumentação é desenvolvida para detecção individual de fótons que interagem no detector. Todos os detectores sensíveis a energia são operados neste modo pois, a quantidade de cargas geradas é proporcional à energia do fóton

Para taxas altas de eventos (alto fluxo de fótons) o modo pulso torna-se impraticável. O tempo entre dois eventos adjacentes torna-se muito curto, impossibilitando uma análise individual de cada evento. Nesse caso opta-se pelo modo corrente.

A medida do modo corrente é feita utilizando um picoamperímetro conectado nos terminais de saída do detector ou, através de um microvoltímetro como mostra a fig.3(a)e(b). Para o modo pulso mede-se a carga e descarga sobre o capacitor como mostra o circuito esquemático da fig. 4.

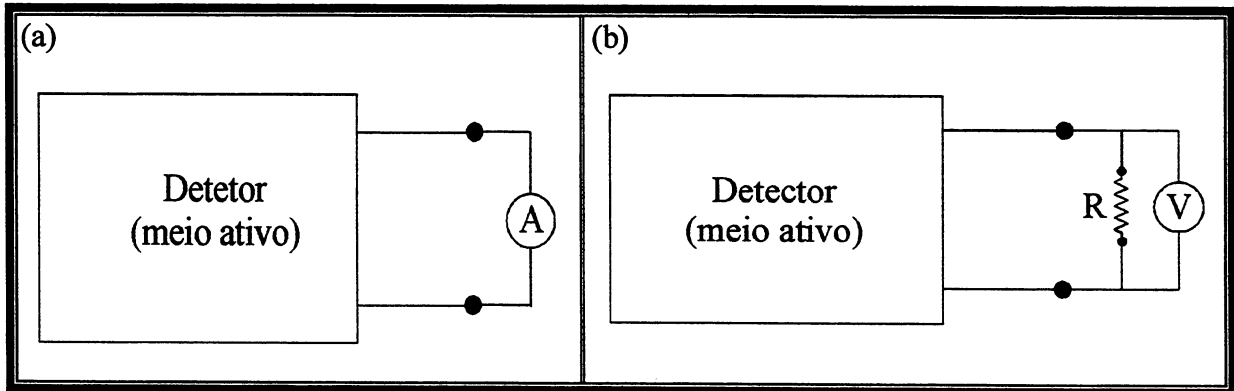


Fig.3: Esquemas de operação do modo Corrente (integral).

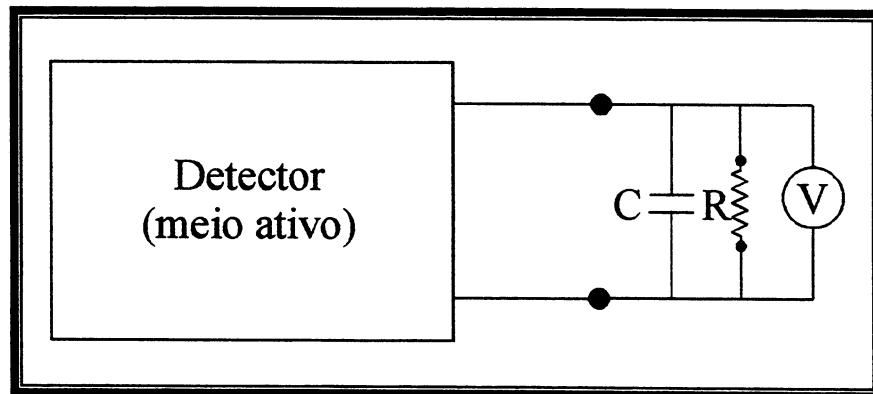


Fig.4: Esquema de operação no modo Pulso (contagem de fótons).

2.2.2 Detectores de Diodos Semicondutores

Em muitas aplicações, a detecção de radiação usando detectores de estado sólido apresenta grande vantagem principalmente na detecção de fótons de alta energia pois, a densidade dos sólidos são da ordem de 1000 vezes maior que a dos gases.

Entre os detectores de estado sólido existem os detectores de cintilação com baixa resolução em energia e, os detectores que utilizam materiais semicondutores que podem oferecer boa resolução em energia, mesmo à temperatura ambiente (da ordem de 1keV).

Nesses detectores, que empregam semicondutores, a informação básica está na criação de um par elétron-buraco como consequência da absorção fotoelétrica. Os pares elétron-buraco movem-se no meio detector. Sua coleta, nos terminais do detector, gera o sinal elétrico que é registrado. Os materiais semicondutores mais comumente usados em detectores são o Si, Ge, CdTe.

2.2.3 Junção Semicondutora

A junção "p-n" é formada em um monocristal através da inserção de impurezas diferentes para cada lado da junção. Para detectores de Si, na região tipo "n" (geralmente dopada com Fósforo) a densidade de elétrons de condução é muito maior que na região tipo p (geralmente dopada com Boro), logo quando os dois materiais estão juntos existe uma descontinuidade na densidade de elétrons de condução entre as duas regiões ("p" e "n"), isso faz com que os buracos da região "p" e os elétrons da região "n" migrem até a junção onde tendem a se combinar. Após a combinação (condição de equilíbrio) existem portadores negativos no lado "p" da junção e portadores positivos no lado "n" da junção, isso cria um campo elétrico contrário ao inicial que faz com que o processo de difusão seja paralisado. Este campo elétrico se propaga até onde exista ainda um desequilíbrio de cargas. O alcance do campo elétrico determina a região de depleção.

2.2.4 Tensão Inversa

Até o momento foi discutido o caso da junção semicondutora onde nenhuma tensão externa é aplicada. Uma junção sem tensão externa aplicada funciona como um detector, entretanto com baixa eficiência. Um potencial típico de aproximadamente 1V que é formado em torno da junção é inadequado e não gera um campo elétrico grande o suficiente para fazer com que os portadores se movam rapidamente. Logo as cargas são perdidas em armadilhas e

recombinações antes que sejam coletadas nos eletrodos.

A junção "p-n" tem basicamente o funcionamento de um diodo com tensão aplicada. Conduz bem em uma direção e muito pouco em outra.

Se a tensão positiva é aplicada no lado "p" e, a negativa no lado "n", os elétrons do lado "n" e os buracos do lado "p" serão atraídos através da junção e a condutividade é alta. Nesse caso para uma tensão baixa aplicada temos altos valores de corrente.

Quando se aplica tensão inversa, no lado "p" conecta-se o terminal negativo e, no lado "n" o terminal positivo. A diferença de potencial entre o lado "p" e "n" é aumentada. Nessas circunstâncias os portadores minoritários (buracos no lado n, e elétrons no lado p) são atraídos através da junção e, devido sua concentração ser pequena, a corrente, através da junção, é baixa.

2.2.5 Junção PIN

Uma alternativa à junção "p-n" é a junção "p-i-n" (p, intrínseco, n). A coleta das cargas se dá na região intrínseca. A vantagem é que nesse caso o tempo de vida dos portadores é muito maior que o requerido para coletá-los. Como na região intrínseca não existem portadores majoritários ou minoritários, o potencial, da ordem de dezenas à milhares de volts, varia linearmente na região intrínseca e cai rapidamente a zero em "n" e "p". Logo a região intrínseca determina o volume ativo do detector. Nesses tipos de detectores a energia média necessária para criação de um par elétron buraco é 3,6eV [13], caso seja utilizado Si.

3. Caracterização do Detector Semicondutor

3.1 Seleção do Detector Semicondutor

A motivação para o início deste trabalho está em medir o comportamento da resposta de um detector monocristalino quando o mesmo se encontra fora e na condição de difração, de algum de seus planos cristalinos, para o comprimento de onda da radiação incidente sobre ele. A resposta do detector se dá com a medida da quantidade de pares elétron-buraco gerados no interior do meio monocristalino, em uma das duas configurações anteriormente citadas (contagem de fótons ou modo integral).

A princípio uma lâmina de Silício com uma tensão de polarização aplicada entre dois contatos Ôhmicos e, um medidor de pequenas correntes seria suficiente para começar o experimento. No entanto, do ponto de vista prático, a utilização de um diodo comercial para Raios x funcionando como detector seria altamente vantajoso. O problema é que a medida da corrente gerada no meio detector nestas condições é da ordem de picoampère (ordem de grandeza da corrente detectada em um fotodiodo, quando um feixe de Raios x com 10^4 fótons de 8keV incide sobre ele), logo seria necessário detectar variações de corrente menor que 10^{-12} Ampère.

O Laboratório de Óptica de Raios x e Instrumentação (LORXI) dispõe de detectores semicondutores HPGe (germânio ultra puro)(EG&G ORTEC), SiLi (EG&G ORTEC), Si-PIN (Amptek-XR-100T) e um outro detector Si diodo PIN de 4 pixéis construído por E.M. Kakuno (aluno de doutoramento do LORXI). Com isso surgiu a idéia de utilizar um detector semicondutor operado no modo pulso, de tal modo que, conhecendo-se a orientação cristalina do monocristal detector é possível saber quantos fótons são contados na condição de difração e fora dela.

Neste trabalho, optou-se pelo uso do detector diodo PIN (DP) quatro pixéis por algumas razões: não precisa refrigeração, é portátil e tem acesso fácil ao cristal detector, ou seja, é possível realizar medidas de difração de Raios x em baixos e altos ângulos.

3.2 Características do Detector Diodo PIN (DP) Utilizado

O DP utilizado é de silício intrínseco, com superfície paralela aos planos cristalográficos Si(111). Sua resistividade varia de 4 k Ω .cm a 5 k Ω .cm [15]. Essa grandeza determina qual a tensão de polarização inversa deve ser aplicada (através de um normograma [13],[16]) para qual a depleção seja total (que neste detector é de aproximadamente 80V).

Uma outra característica destes detectores é que apresentam camadas insensíveis (regiões fortemente dopadas p^+ e n^+ , que são as camadas "p" e "n" da junção "p-i-n") onde são feitos os contatos para coleta das cargas. A espessura típica destas camadas (p^+ e n^+), pode variar de 0.1 μ m a 1 μ m [13].

Cada pixel do detector tem tamanho de 2 x 2 mm e contém ao seu redor um anel de guarda para reduzir os efeitos de corrente de fuga na superfície. A fig.5 mostra esquematicamente as partes mais importantes deste dispositivo detector. O lado por onde incide a radiação é o p^+ (1). Nesse lado encontram-se também os capacitores e os FET'S ("Field Effect Transistor"). A superfície oposta (n^+) (2) é fixa sobre uma placa de circuito impresso. A superfície por onde entra a radiação tem uma cobertura típica de dióxido de silício (3) em torno de 260 nm, nas regiões onde não existem contatos. Nas regiões onde são feitos os contatos uma cobertura de Al (4) em torno de 700 nm, exceto em uma região central com diâmetro de aproximadamente 1mm.

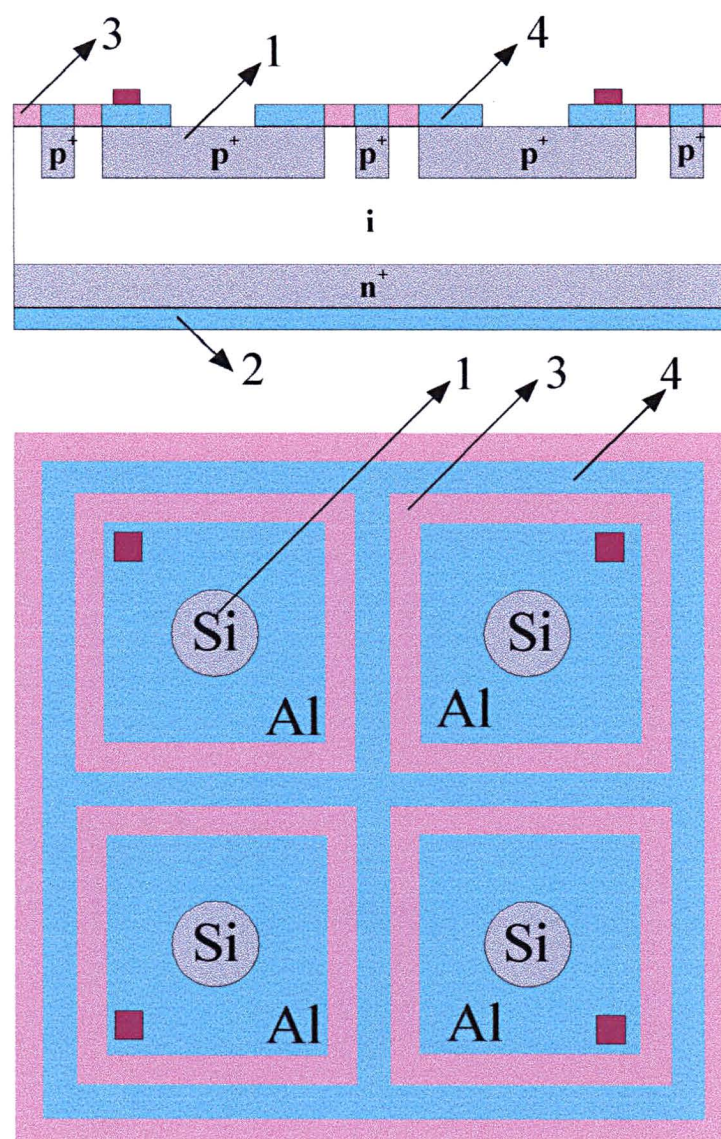


Fig. 5: Superfície do DP. As partes em rosa estão cobertas por dióxido de silício, os quadros em vermelho representam os capacitores e os FET's, em azul as regiões cobertas com alumínio e em azul claro somente o monocristal de silício.

Praticamente todas as medidas são feitas com o DP totalmente depletado (espessura da camada de depleção é de 300 μm). O circuito eletrônico básico para coleta das cargas do DP no modo pulso [19] é mostrado na fig.6. O circuito mostrado envolve somente a eletrônica do detector, sem os dispositivos externos como fontes e amplificadores. Um esquema básico de montagem para colocar em funcionamento o DP está esboçado na fig.7. A eletrônica envolvida só permite coletar o sinal de um pixel. Sendo que pode-se escolher com qual pixel deseja-se trabalhar.

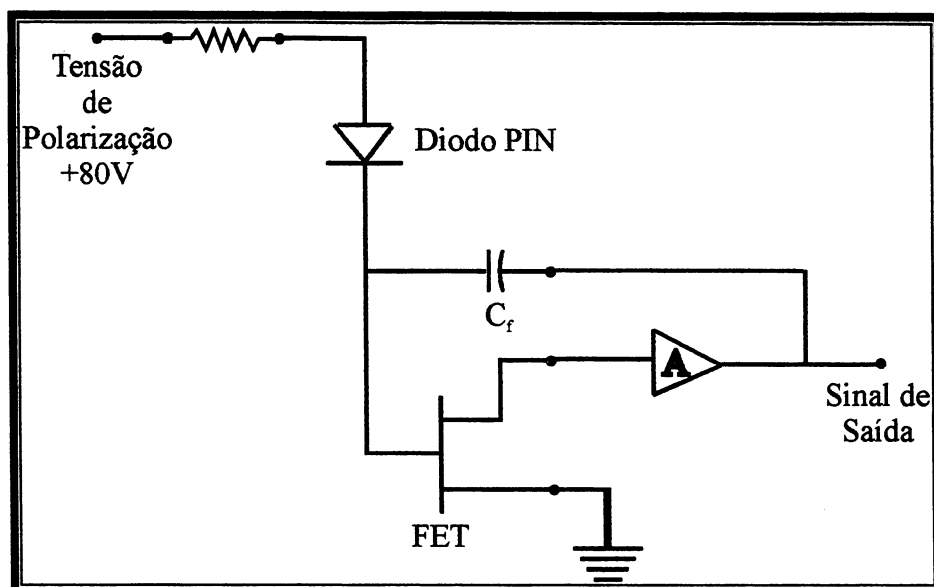


Fig.6: Esquema básico do circuito eletrônico do Detector diodo PIN [19].

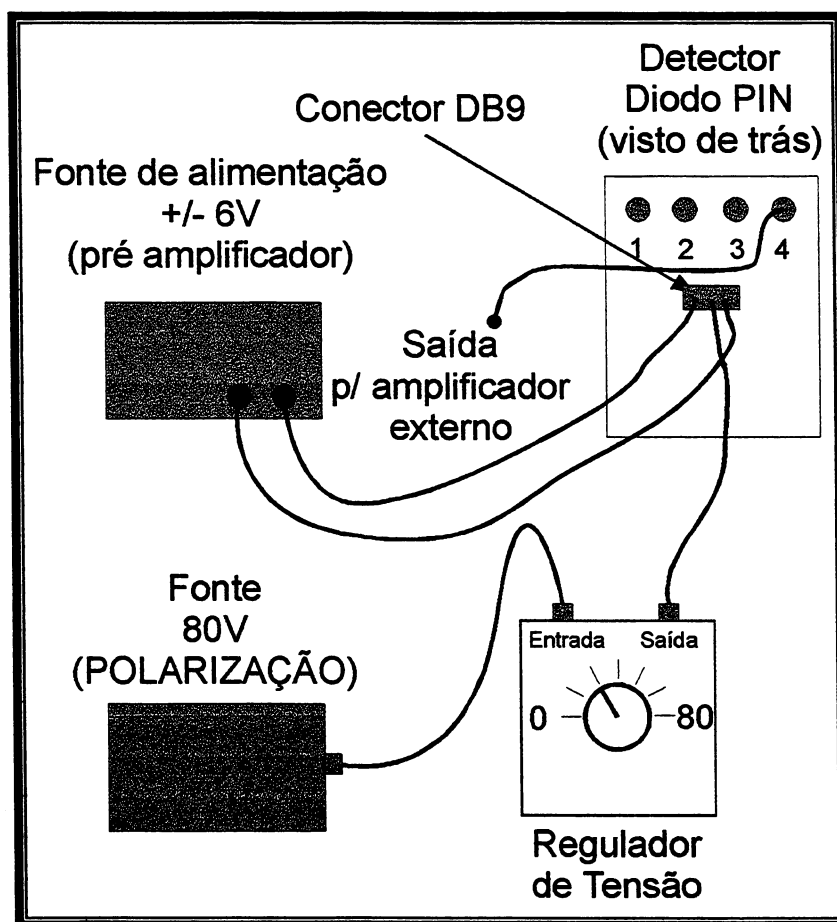


Fig.7: Representação esquemática das conexões utilizadas no DP.

O DP é montado dentro de uma caixa de alumínio (10x15 cm) com duas janelas laterais mais uma janela central, para entrada (feixe incidente) e saída (feixe difratado) dos

Raios x. Essas janelas são cobertas utilizando lâminas de alumínio (com espessura de 10 a 15 μm) e papel preto (com espessura em torno de 20 μm) de forma a não permitir que a luz visível incida sobre o detector. Nessa caixa existem conectores individuais para o sinal de saída dos quatro pixéis e, um conector DB9 responsável pela alimentação (fig.7) do pré-amplificador e da tensão de polarização inversa. Essa caixa, por sua vez, é colocada sobre uma mesa de translação bidimensional (x,y) (útil para selecionar o pixel em que se deseja trabalhar) que contém um dispositivo que possibilita a regulagem do ângulo ϕ ("Tilt"), perpendicular ao plano de difração. Todo este conjunto é, então, colocado sobre um dos eixos do difratômetro de duplo cristal [20] possibilitando fazer varreduras em torno de θ e obter perfis de difração.

3.3 Caracterização Estrutural do Detector Diodo PIN (DP)

O processo de fabricação, ao qual o detector é submetido, sugere que este esteja sujeito à tensões, ou seja, tenha uma variação significativa no valor de $(\Delta d/d)$ quando comparado com um cristal perfeito.

Para verificar como está distribuído o campo de tensões sobre a superfície do detector $(\Delta d/d)$, são obtidos perfis de difração dos planos Si(333) no arranjo não dispersivo (fig.8) e são realizadas algumas topografias pelo método de duplo cristal [17] e Lang [18]. Os perfis de difração são obtidos dos quatro pixéis individualmente, como é mostrado na fig.9.

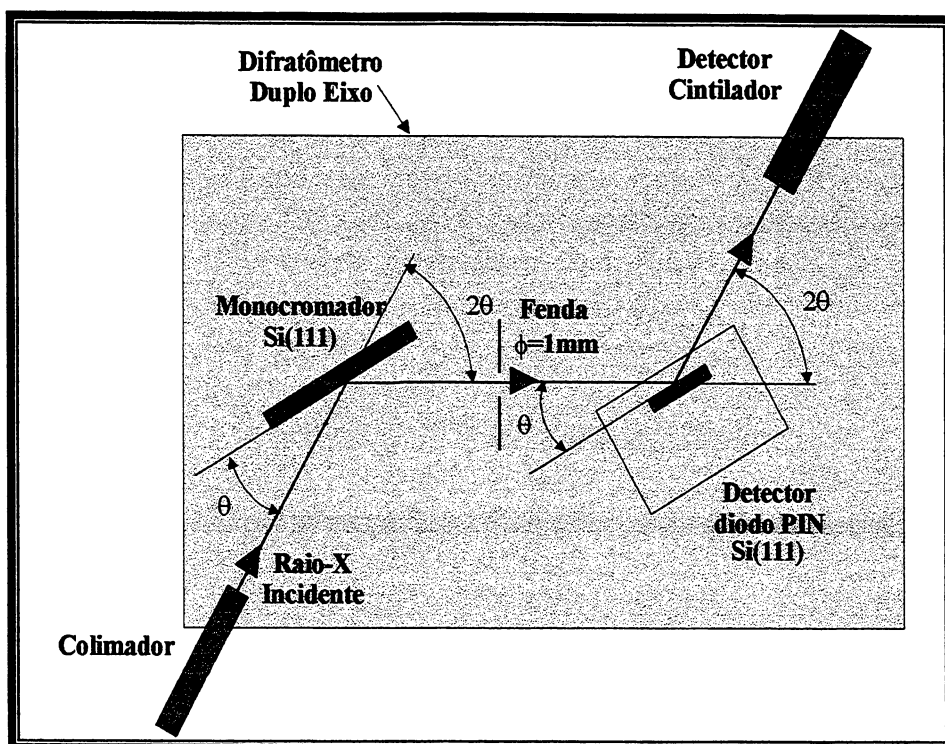


Fig. 8: Representação esquemática do arranjo não dispersivo.

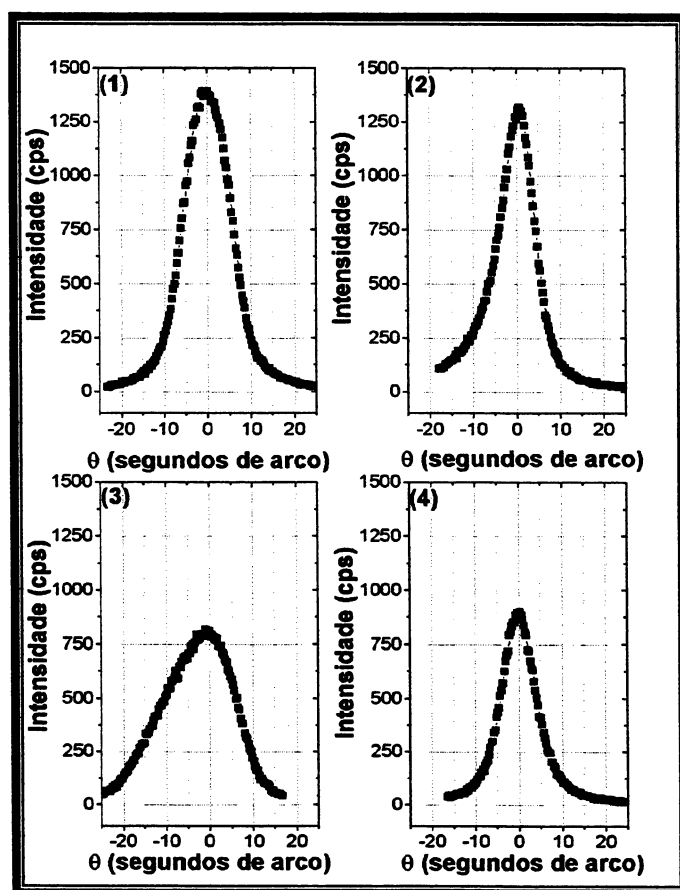


Fig. 9: Perfis de difração Si(333) para diferentes pixéis do DP. (1) Pixel 1, (2) Pixel 2, (3) Pixel 3 e (4) Pixel 4.

PIXEL	LMA (Segundos de arco)	LT (Segundos de arco)
1	11,7	1,9
2	9,7	1,9
3	18,4	1,9
4	9,2	1,9

Tabela 1: Largura à meia altura (LMA) e largura teórica (LT) dos perfis de difração Si(333) do detector diodo PIN para diferentes pixéis no arranjo não dispersivo, referente à fig.9.

Verifica-se, pela fig.9 e tabela 1, que os perfis obtidos têm diferentes larguras à meia altura, além disso as larguras encontradas são muito maiores do que a prevista pela teoria dinâmica de difração de Raios x (obtida pela equação (2.8)) denunciando a não uniformidade do cristal detector. O mesmo é verificado através das topografias.

Optou-se, primeiramente, pela topografia duplo cristal, utilizando um monocromador assimétrico Si (111), colocado sobre o primeiro eixo do difratômetro de duplo cristal, difratando os planos (333) com $\text{CuK}\alpha$. A superfície do cristal de Si está com um corte de 10° em relação aos planos (100) e, o ângulo entre os planos (333) e (100) é de $54,7^\circ$, de forma que, o ângulo do feixe de entrada com a superfície é de $2,8^\circ$. Logo o parâmetro q (apêndice A) é dado por $q=-0,050$. O arranjo experimental é montado utilizando um colimador de comprimento 200 mm com fenda de 1mm (fig.10). O DP é colocado no segundo eixo do difratômetro. São obtidos, com essa configuração, perfis de difração do DP e de um cristal perfeito, os resultados são mostrados na fig.11.

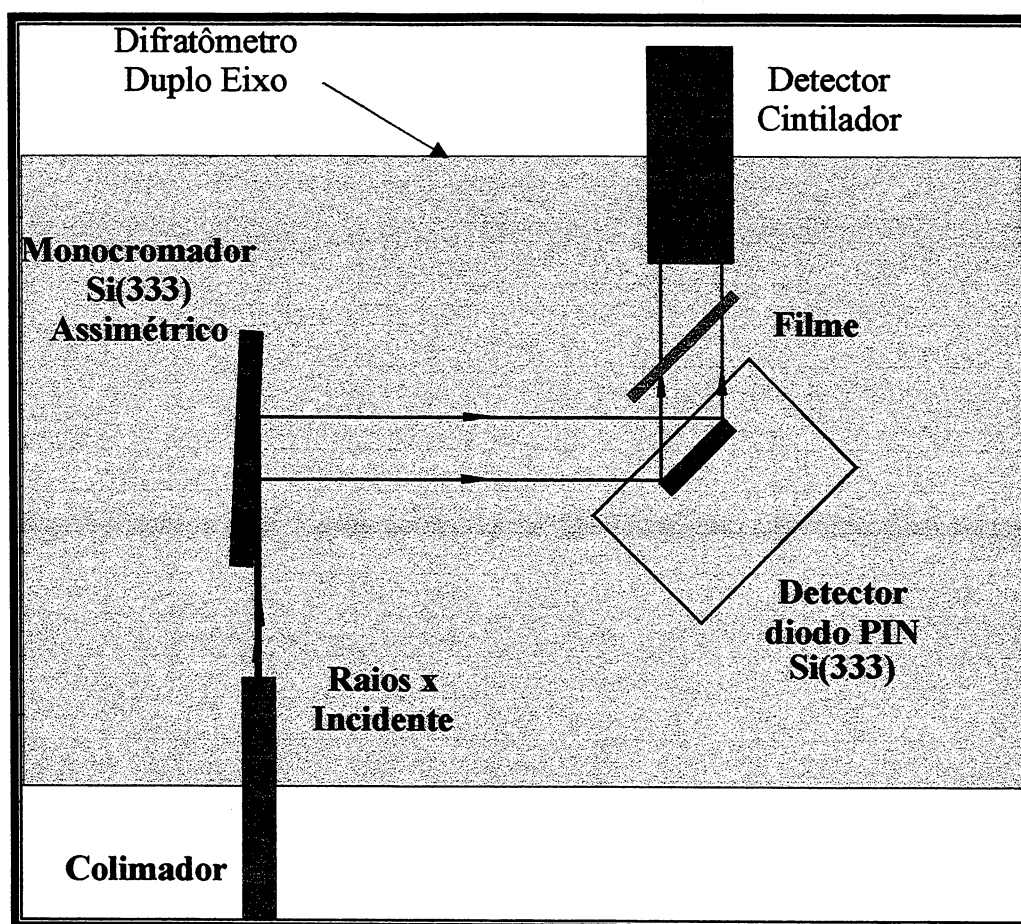


Fig.10: Arranjo experimental para realização da Topografia Duplo Cristal.

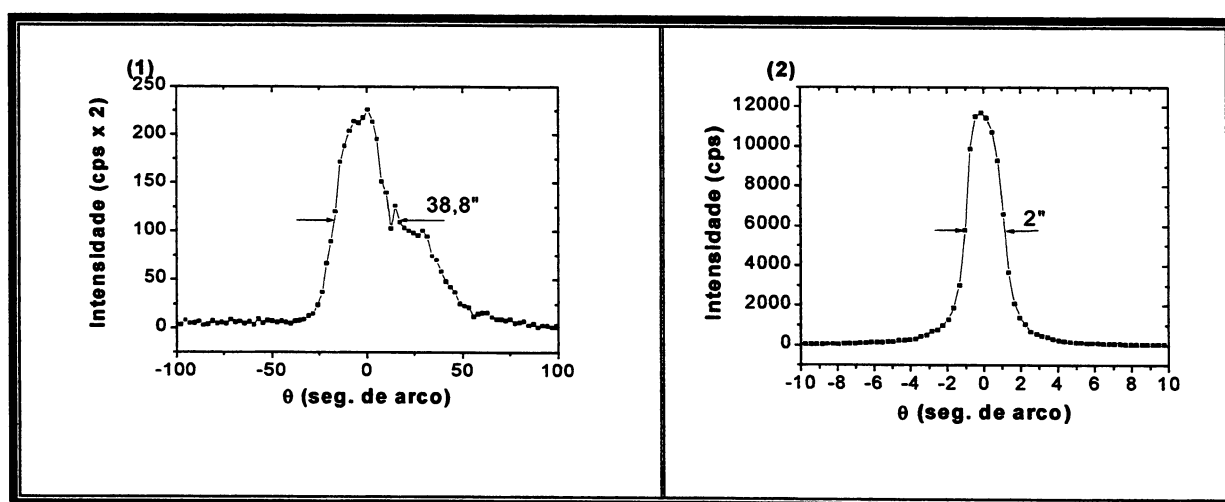


Fig.11: Perfis de difração c/ monocromador assimétrico (arranjo para topografia duplo cristal). (1) DP Si (333), (2) Cristal perfeito Si(333).

Para a realização da topografia duplo cristal, o DP é posicionado angularmente para que a intensidade difratada seja máxima.. A exposição, com filme Kodak Industrex AA400 de média resolução, durou cerca e 4h. A topografia é mostrada na fig 12. A imagem obtida

confirma que toda a área cristalina está tensionada, isto é, o parâmetro de rede dos planos paralelos à superfície não é uniforme.

Embora uma área de aproximadamente $6 \times 6 \text{ mm}^2$ tenha sido exposta, o que é visto na imagem é apenas um contorno (região de difração) onde o parâmetro de rede é o mesmo. A variação relativa do parâmetro de rede ($\Delta d/d$) é superior à 10^{-6} , isto indica a necessidade de recorrer a outro método topográfico (Lang) para melhor visualizar toda a área do DP.

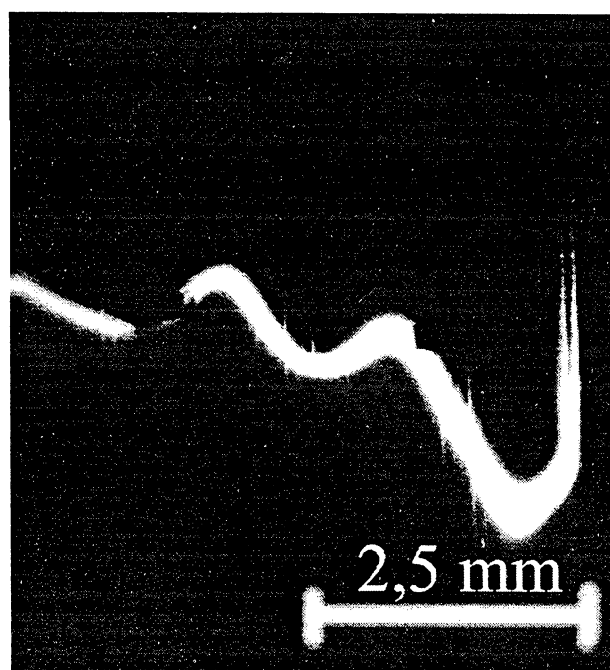


Fig.12:Topografia Duplo Cristal do Cristal detector diodo PIN.

Para a topografia pelo método de Lang é utilizado um colimador longo de 1,10 m de comprimento e com uma fenda de $150 \mu\text{m}$, radiação $\text{CuK}\alpha_1$ (com o tubo de Raios x posicionado em foco ponto) e câmera de translação elástica para topografia de Raios x [21] construída no LORXI (fig.13). Essa câmera apresenta algumas características inovadoras como o sistema de translação elástico (semelhante ao sistema de translação dos cristais monocromadores do LNLS [22]), diferente das câmeras encontradas comercialmente, onde o sistema de translação se dá por contato mecânico. O sistema elástico é muito importante pois permite a repetitividade no posicionamento durante a translação. Para correções de pequenos

desvios no sistema de translação, da ordem de 8" de arco, existe um elo fraco ("weak link"- fig. 13) tornando o sistema com uma estabilidade angular de aproximadamente $\pm 2''$ de arco, durante varredura de 25mm da amostra.

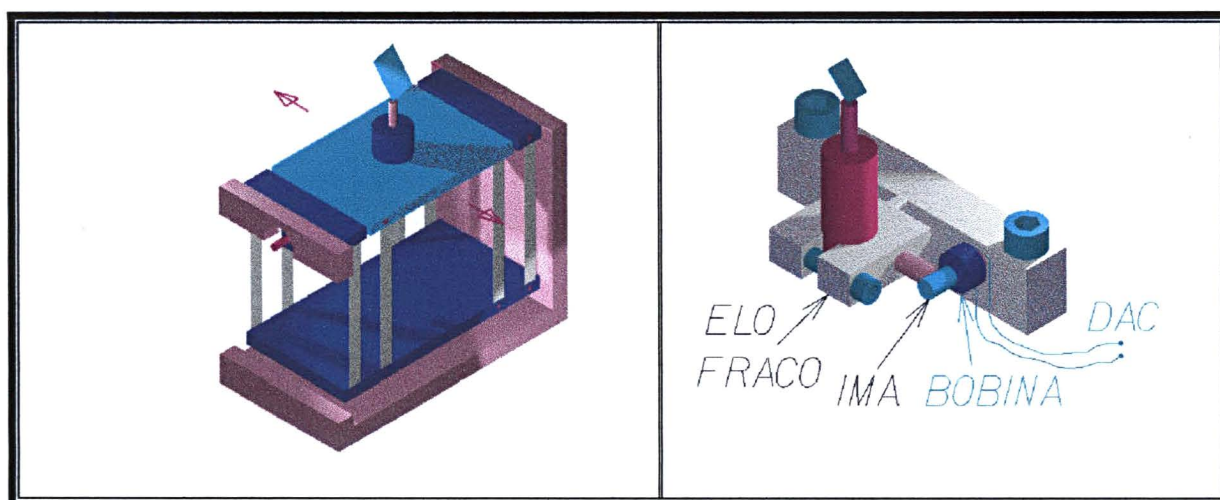


Fig.13: Representação esquemática da mesa de translação elástica para topografia de Raios x. No detalhe o dispositivo de correção (elo fraco).

No arranjo esquematizado na fig.14, o DP é posicionado para difratar e transladar lentamente com o filme, frente ao feixe incidente. A fenda de recepção é mantida fixa. Foi realizada a topografia com cristal difratando em caso Bragg, utilizando os planos Si(333) do detector diodo PIN. A topografia obtida é apresentada na fig.15.

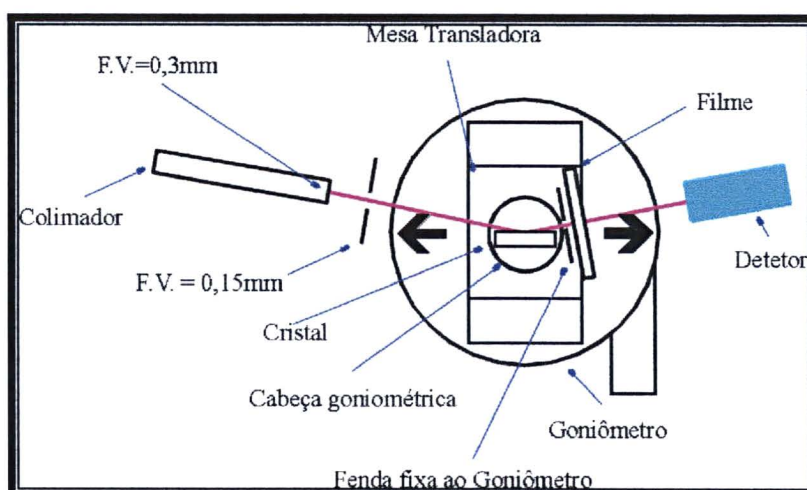


Fig.14: Esquema experimental para topografia de Lang.

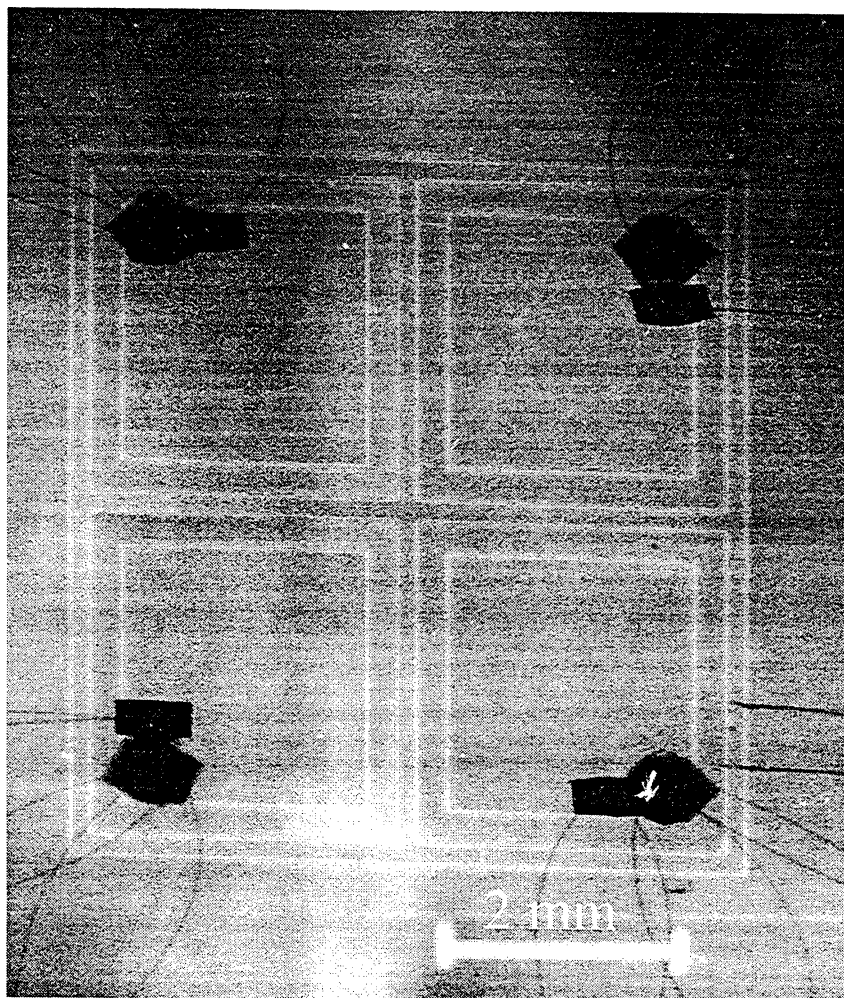


Fig.15: Topografia de Lang do Detector Diodo PIN.

A topografia pelo método de Lang, apresenta sensibilidade em $\Delta d/d$ de 10^{-4} a 10^{-6} [17] e esta é faixa estimada para as variações de $\Delta d/d$ do DP, conforme a imagem topográfica obtida na fig.15. As regiões mais claras são onde difratou mais Raios x.

O grau de tensão do cristal DP pode ter várias origens, uma delas é a maneira de corte do cristal após a fabricação das máscaras, uma vez que em uma lâmina de Si (com espessura de aproximadamente $300\mu\text{m}$) são feitos vários dispositivos. O corte é feito riscando a superfície do silício e então "clivando". Outros aspectos que contribuem para a tensão do cristal são: os processos de difusão de boro (B) e fósforo (P) em superfícies opostas do detector, a deposição da camada de alumínio sobre o cristal, além dos capacitores e FET's colados sobre a superfície do diodo.

Com o cristal DP parcialmente caracterizado foram selecionados, para as medidas, os pixéis que apresentaram perfis de difração mais estreitos. De acordo com este critério, os perfis de difração dos pixéis que mais se aproximam dos perfis esperados para um cristal perfeito são o 1,2 e 4 como é observado na tabela (1). As medidas são, então, realizadas com a utilização do pixel 4, que apresentou menor largura à meia altura para o perfil de difração.

4. Medidas dos Perfis de Difração (PD's) e de Diminuição de contagem (PDC's) do Detector Diodo PIN (DP)

Neste capítulo são apresentados os detalhes da montagem experimental e as medidas dos perfis de difração (PD's) e de diminuição de contagem (PDC's) do DP. São utilizados dois arranjos experimentais: o arranjo não dispersivo e o arranjo dispersivo (5-Cristais). O primeiro arranjo é utilizado com o objetivo inicial de comprovar o efeito de diminuição de contagem quando o DP entra em condição de difração. O mesmo efeito é verificado utilizando o segundo arranjo, visando aplicá-lo em medidas de retrodifração do DP, onde torna-se necessário a utilização de um feixe com baixa divergência e cromaticidade.

Os trabalhos existentes na literatura [1],[2],[3],[4] observaram um efeito equivalente ao aqui relatado utilizando somente o primeiro arranjo (não dispersivo). Todos eles utilizaram o modo corrente (integral) sem tensão de polarização externa aplicada. Especificamente em [1] utilizou-se de um monocromador assimétrico Si(422), e em [1] e [3] utilizaram-se de simples junções "p-n" para realização das medidas de fotocorrente fora e na condição de difração.

No presente trabalho o detector é operado no modo pulso, isto é, atua como contador de fótons.

4.1 Montagem no Arranjo não dispersivo

Utiliza-se o difratômetro de duplo cristal [20]. No primeiro eixo é posicionado um monocromador simétrico Si(111) com difração dos planos (111) ou (333). O conjunto que contém o cristal detector é colocado no segundo eixo do difratômetro, de forma a manter o arranjo não dispersivo (fig.8).

Para a obtenção dos perfis nesse arranjo foi utilizado um colimador longo com 0,5m

de comprimento e fenda circular de diâmetro 1 mm, com $\text{CuK}\alpha_1$ e tubo de Raios x posicionado em foco ponto.

O DP, colocado sobre o segundo eixo do difratômetro, passa a ser utilizado como um detector difrator, enquanto um detector cintilador (NaI-BICRON) monitora a intensidade difratada. Uma fenda de diâmetro igual a 1mm (fig.8) é colocada próxima do DP com o objetivo de definir o feixe para banhar apenas o pixel de interesse. A coleta de dados é realizada com o sistema SCOPE [23]. Este permite a programação para operação de dois detectores simultaneamente, isto é, para cada posição angular são registradas as contagens do detector cintilador e do DP.

Na fig. 16 mostra-se um diagrama esquemático do sistema de detecção simultânea.

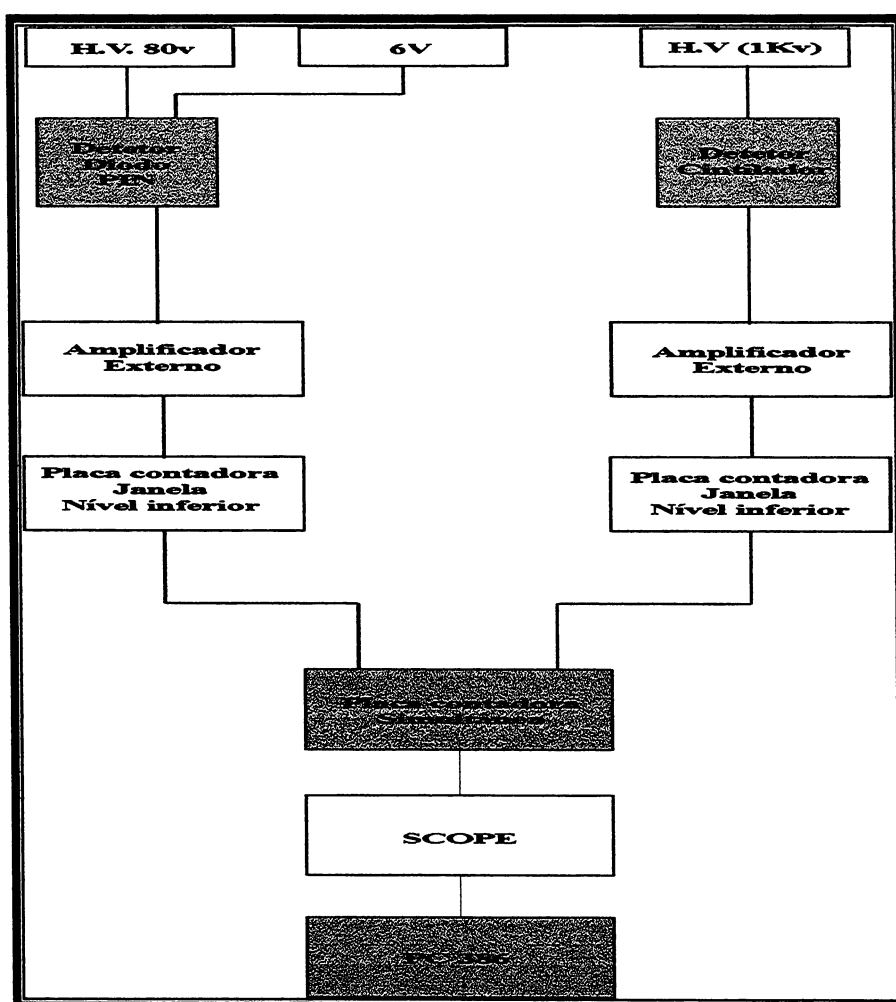


Fig. 16: Esquema da detecção simultânea do DP e do Cintilador.

As primeiras medidas (para a difração dos planos Si(111) e Si(333) do DP) foram realizadas, com tensão de polarização inversa de 80V (detector completamente depletado). Os resultados mostram que, na região de difração, a taxa de contagem do DP apresenta uma redução, com contraste variando de 18% a 50% (fig.17 e tabela 2).

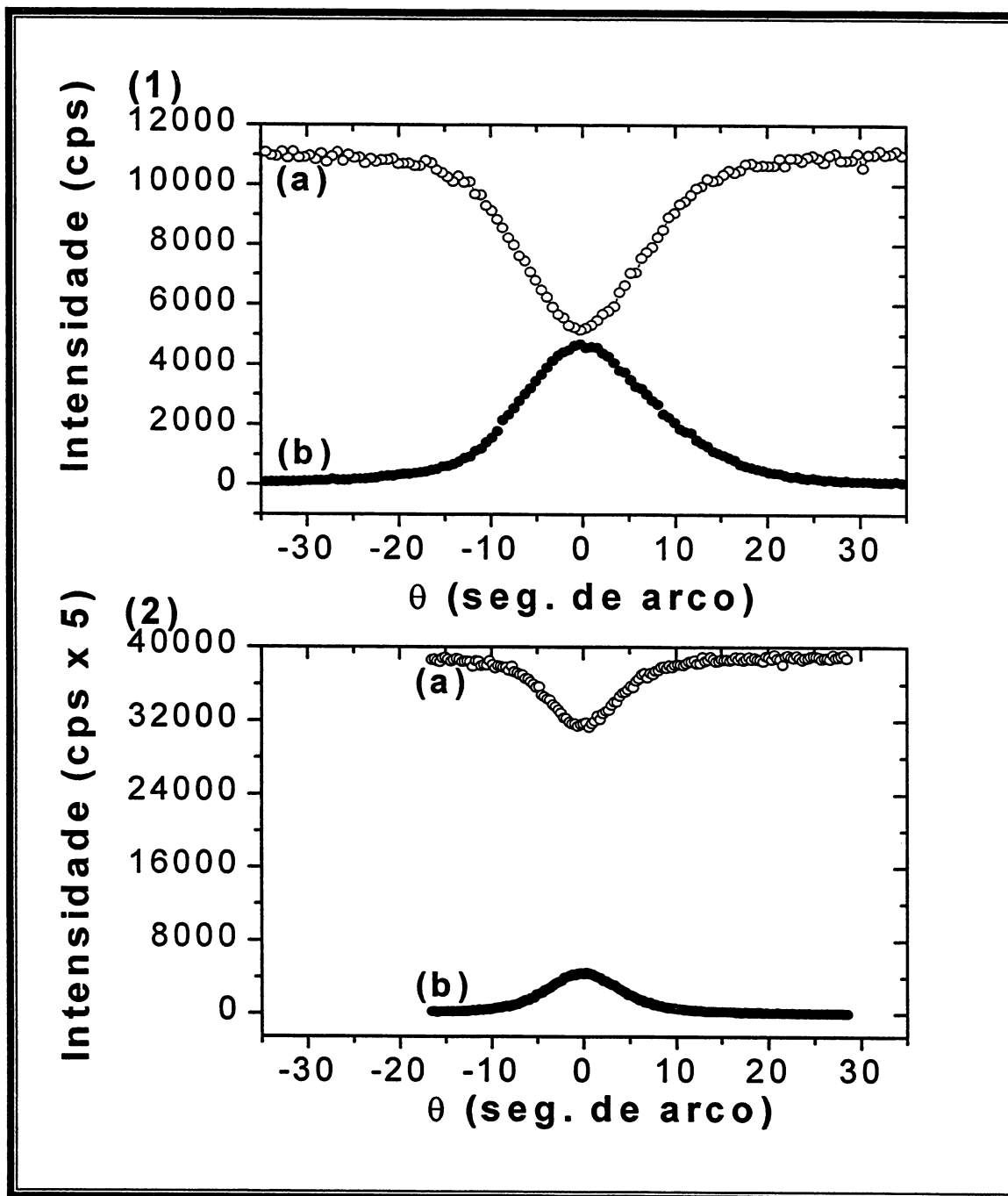


Fig.17: Medidas realizadas com o arranjo não-dispersivo. (a) Contagens no detector PIN, (b) Contagens no detector cintilador, (1) difratando Si (111)(30kV 10mA) e (2) difratando Si(333) (40kV 30mA). Medidas utilizando pixel 4 c/ $\text{CuK}\alpha_1$.

PLANO DE DIFRAÇÃO	$[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$	LMA (SEG. DE ARCO)	LMA (SEG. DE ARCO)	LT (SEG. DE ARCO)
111	0,49	15,1	16,9	7
333	0,18	9,0	9,2	1,9

Tabela 2: Contraste de diminuição da contagem ($[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$), largura à meia altura do PDC do DP (LMA), largura à meia altura dos PD's (LMA) e largura à meia altura teórica dos PD's (LT) calculada pela equação (2.8) para $\text{CuK}\alpha_1$ e polarização σ a 298K, dos planos Si(111) e Si(333) no arranjo não dispersivo e $\text{CuK}\alpha_1$, referente à fig.17.

Aqui deve ser colocado que, mesmo utilizando uma fenda circular de 1mm entre monocromador e detector, o feixe projetado sobre a superfície do DP, para a difração dos planos Si(111), é maior que o tamanho de um pixel. Isso faz com que o perfil difratado (PD) não possa ser comparado diretamente com o perfil de diminuição de contagem (PDC), pois a medida do perfil difratado é resultado da difração do feixe incidente por um volume de material maior do que a região sensível do detector (pixel 4).

Uma análise um pouco mais quantitativa, em termos de comparações entre intensidades, é possível com as medidas efetuadas com difração de planos cristalinos de mais alta ordem, como o Si(333), onde o feixe incidente atinge somente o pixel de interesse. Nestas observa-se que a largura à meia altura do PD (LMA) do DP é aproximadamente a mesma do PDC do DP (fig.17 e tabela 2) como observado em [2].

A explicação para a diminuição da contagem do DP pode ser feita através do princípio de conservação de energia e pela análise da profundidade de extinção obtida a partir do fator de extinção (σ_e)(equações 2.3 e 2.4).

Pelo princípio de conservação de energia, a partir dos PD's pode-se imaginar que: o que é detectado pelo detector cintilador deixou de ser contado pelo DP. Nesta análise (novamente aplicada aos planos Si (333)) encontram-se alguns problemas, como a superfície do próprio DP que apresenta uma estrutura complexa onde existem camadas de Al, dióxido de

Si, camada fortemente dopada (insensível), capacitores e FET's. Além disso foi observado posteriormente que o detector cintilador, utilizado nas medidas, não possui homogeneidade. Entretanto para a medida apresentada na fig. 17.2 (com DP Si(333), no arranjo não dispersivo) foram tomados os devidos cuidados de se utilizar uma área homogênea do detector cintilador. Desprezando a absorção no ar e nas camadas existentes sobre o DP que são muito finas, considerando a absorção na janela externa de alumínio mais papel preto, que é em torno de 50% (para $\text{CuK}\alpha_1$ e para a inclinação de 47° , devido à difração dos planos 333) e, normalizando a contagem do detector PIN em relação ao detector cintilador que é em torno de 100%, nota-se que diminuição da contagem no DP é praticamente a mesma detectada no cintilador, na condição de difração. Logo dentro de uma diferença de 15%, atribuída, talvez, à não homogeneidade do detector cintilador e a estrutura complexa sobre o DP, o que é detectado pelo detector cintilador é o que deixa de ser contado pelo DP.

Uma explicação dada em relação ao menor contraste encontrado para o perfil de diminuição de contagem do DP, para a difração dos planos Si (333) é o alto grau de tensão ao qual o DP está submetido, fazendo com que o perfil difratado seja mais largo e com menor intensidade máxima, principalmente para os planos Si(333) pois, a difração desses planos cristalinos é mais sensível à variações $\Delta d/d$.

Pela definição apresentada no item 2.1.1, o gráfico da profundidade de extinção é simplesmente o inverso do gráfico do fator de extinção (σ_e). Logo, pelos dados da tabela 3, nota-se que a profundidade de extinção é muito pequena quando comparada à profundidade de penetração. Isso significa que na condição de difração, o volume de interação entre a radiação incidente e o meio material (detector) é menor do que fora da condição de difração. Isso indica que na condição de difração, uma quantidade menor de pares elétron-buraco são gerados, resultando em uma quantidade menor de fótons registrada pelo detector. Os gráficos

da profundidade de extinção são mostrados na fig. 18 para a difração dos planos Si(111), Si(333) e Si(444). Os valores da profundidade de penetração e da profundidade de extinção (para $y=0$) são mostrados na tabela 3 para diferentes comprimentos de onda e diferentes planos.

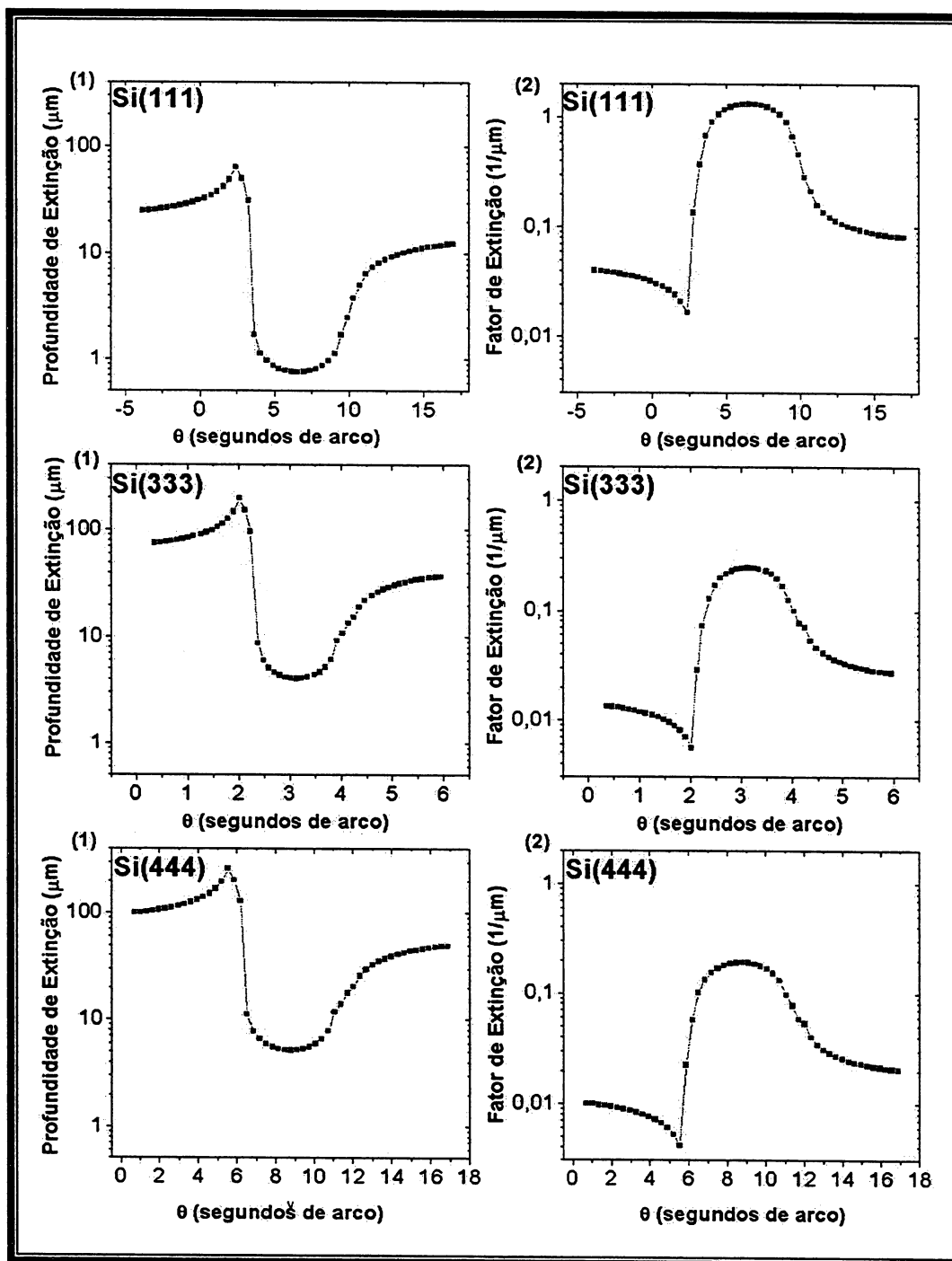


Fig.18: (1) Profundidade de extinção ($1/\sigma_e$) e (2) Fatores de extinção (σ_e), para Si “perfeito” $\text{CuK}\alpha_1$, 298K e polarização σ . Para os planos: Si(111), Si(333) e Si(444).

λ (nm)	PLANO DE DIFRAÇÃO	σ_e (1/ μm)	PROFUNDIDADE DE EXTINÇÃO (μm)	σ/γ_0 (1/ μm)	PROFUNDIDADE DE PENETRAÇÃO (μm)
CuK α_1	111	1,3297	0,75	0,0573	17,5
CuK α_1	333	0,2487	4	0,0191	52,4
CuK α_1	444	0,1932	5,2	0,0143	70
Cr β	333	0,2522	4	0,0035	29
0,209010	333	0,2515	4	0,0035	29

Tabela 3: Fator de extinção (σ_e) obtido da equação (2.4) para $y=0$, profundidade de extinção ($1/\sigma_e$), fator de atenuação normal à superfície ($\sigma=\mu/\gamma_0$) e profundidade de penetração para diferentes planos de difração e comprimentos de onda (λ). Valores calculados com polarização σ e 298K.

Um ponto importante que deve ser colocado aqui é que nas medidas realizadas com este arranjo experimental (não dispersivo) não é encontrada assimetria nos perfis de diminuição de contagem como relatado em [3].

Fazendo uma análise da forma dos perfis de diminuição de contagem do DP. Apenas dois trabalhos tratam sobre o formato do perfil [3],[24]. Em [24] foi feito difração com incidência rasante e foram medidos os fotoelétrons fora e na condição de Bragg. Segundo os autores, os fotoelétrons emitidos são proporcionais à profundidade de extinção. O perfil dos fotoelétrons medidos tem o formato idêntico ao perfil da profundidade de extinção ($1/\sigma_e$)(fig.18). Em [3], onde foi medida a tensão sobre os terminais de um diodo “p-n”, também foi apresentada uma equação para o formato do perfil do potencial. O perfil lembra muito o perfil da profundidade de extinção na condição de Bragg. A explicação dada para a forma do perfil foi que: se a camada insensível do detector (n^+) (no presente trabalho p^+) for muito menor que o comprimento de extinção para os Raios x, o perfil do potencial, para a região de máximo de difração, será simplesmente o inverso do perfil de difração. Já nos extremos da região de difração, só existirão assimetrias se o comprimento de extinção for maior que o comprimento de difusão. Nesse caso, a curva obtida é muito semelhante a de fluorescência, que também se assemelha à curva da profundidade de extinção. Define-se

comprimento de difusão como a distância que os portadores de carga caminham dentro do material sem sofrerem aprisionamento ou recombinação. Seu valor depende da resistividade do material.

No presente trabalho, o comprimento de difusão é muito grande (em torno de 300 μm) devido a grande região intrínseca e à tensão de polarização inversa aplicada (80V). Esses dois fatores minimizam significativamente os processos de combinação e armadilhamento.

Logo se fosse considerada a explicação dada em [3], os resultados obtidos no presente trabalho, seriam PDC's simétricos que se assemelham ao inverso da curva de refletividade.

Resumindo, explica-se o comportamento do perfil de diminuição de contagem do DP na presença da difração, como sendo semelhante ao inverso do perfil de refletividade (para comprimento de difusão grande comparado com o comprimento de extinção dos Raios x) ou como sendo semelhante ao perfil da profundidade de extinção (para comprimento de difusão pequeno comparado com o comprimento de extinção).

4.2 Avaliação da Camada de Depleção

Como a espessura da camada de depleção do DP é função da tensão de polarização inversa, foi verificada a variação do contraste dos PDC's do DP para diferentes valores de tensão aplicados, quando o mesmo está fora e em condição de difração, utilizando o arranjo não dispersivo

Utilizando o regulador de tensão de polarização inversa (fig.7) é possível regular a profundidade de detecção (profundidade de depleção). Foram, então, obtidos alguns PD's e PDC's do DP, para os planos Si(111), com tensões de polarização variando de 10V a 80V (ou seja a profundidade de depleção varia de 100 μm à 300 μm) em intervalos de 10V (fig.19 e tabela 4).

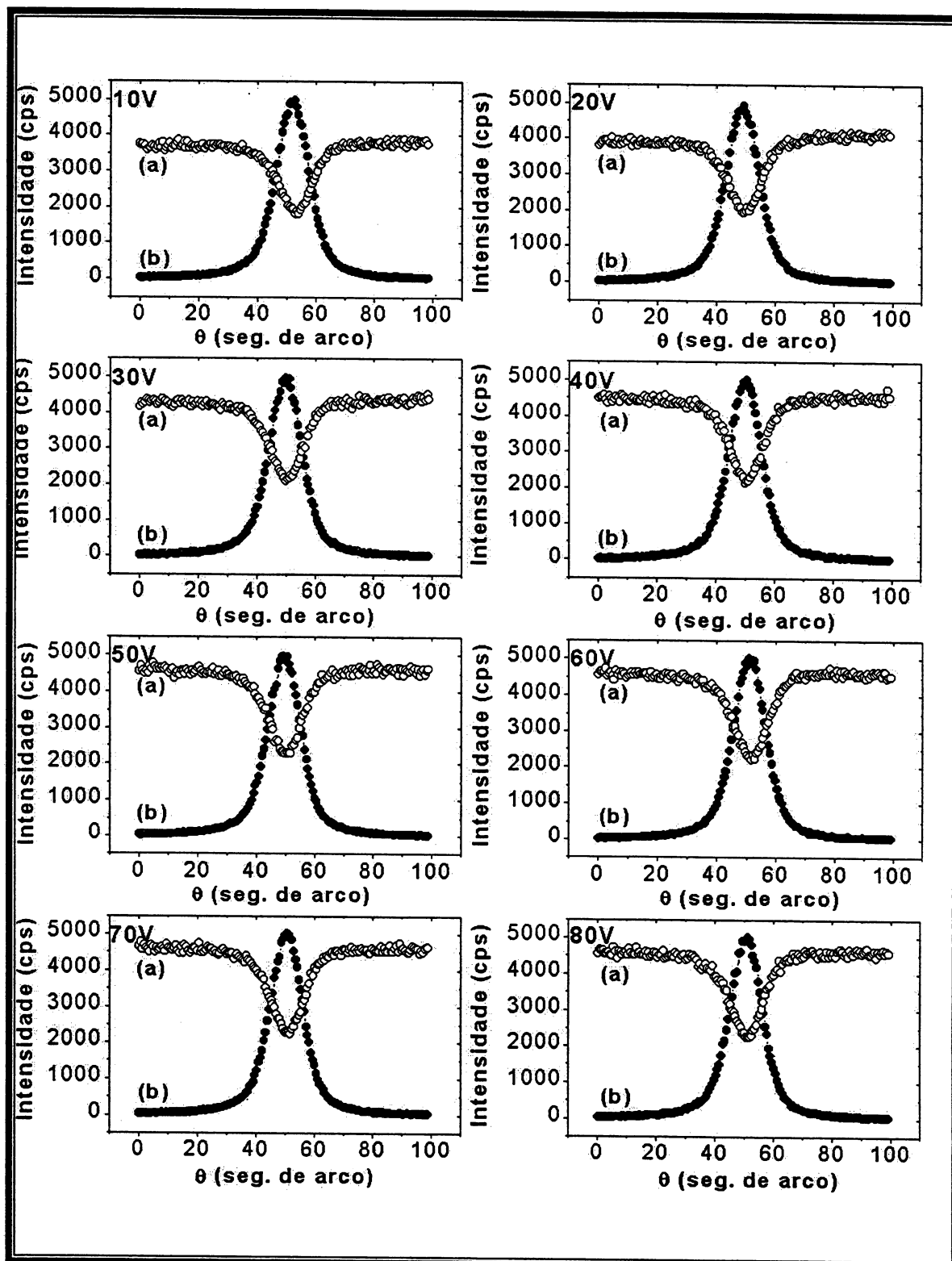


Fig.19: Medidas: (a) PDC's do DP e (b) PD's do DP. Si(111) para diferentes tensões de polarização inversa, utilizando pixel 4 e arranjo não dispersivo com monocromador simétrico.

TENSÃO (V)	$[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$	LMAP (SEG. DE ARCO)	LMA (SEG. DE ARCO)
10	0,49	13,4	13,4
20	0,49	13,4	13,5
30	0,48	13,4	13,4
40	0,49	13,3	13,2
50	0,49	13,5	13,3
60	0,49	13,4	13,3
70	0,48	13,4	13,3
80	0,48	13,4	13,3

Tabela 4: Contraste de diminuição da contagem ($[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$), largura à meia altura dos PDC's do DP (LMAP) e largura à meia altura dos PD's do DP (LMA) para planos Si(111) com monocromador simétrico e $\text{CuK}\alpha_1$, variando a tensão de polarização inversa de 10V a 80V, referente à fig. 19.

Não é observada nenhuma alteração no contraste dos PDC's, como observado pelos valores obtidos e listados na tabela 4. Variando-se a tensão de polarização inversa imaginava-se chegar a uma profundidade de depleção próxima da profundidade de extinção do Raios x, resultando em uma alteração no contraste das curvas. Isso porque, se a profundidade de depleção fosse pequena, o detector diodo PIN teria uma taxa de contagem menor (a eficiência é menor), mas a quantidade difratada permaneceria a mesma.

Isso significa que a profundidade de depleção à 10V (igual à $100\mu\text{m}$) é ainda muito grande em comparação com a profundidade de extinção dos Raios x para a difração dos planos Si(111), que é de aproximadamente $0,74\mu\text{m}$.

O valor da profundidade de depleção em função da tensão de polarização aplicada é obtido através de um normograma [13],[16]. O valor citado no parágrafo anterior vale para um Si tipo "n" (utilizado neste experimento) com resistividade em torno de 4 a $5\text{ k}\Omega\cdot\text{cm}$.

Para uma melhor visualização mostra-se, na fig. 20, uma representação geométrica de como foi definida aqui a profundidade de extinção. Ela é definida como a distância de penetração dos Raios x normal à superfície de entrada, na condição de difração.

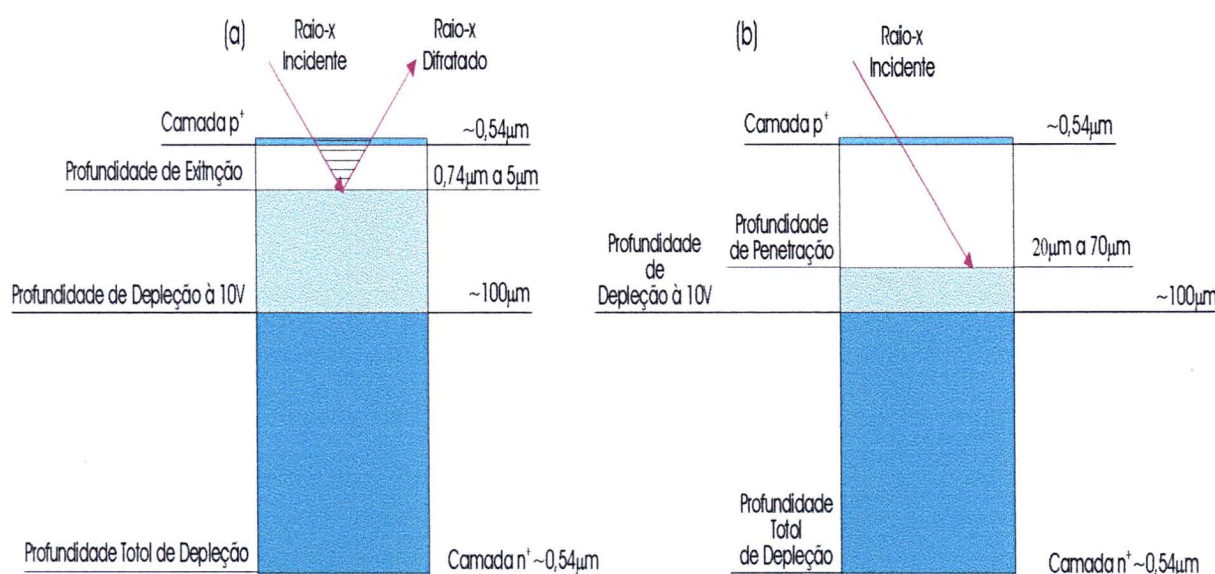


Fig. 20: Representação esquemática de: (a) profundidade de extinção (condição de difração) e (b) profundidade de penetração (fora da condição de difração) dos Raios x.

Nota-se, ainda, uma diferença da largura a meia altura dos PD's observados na fig. 17(1) e fig. 19 para Si(111). Isso ocorre porque na fig. 19 os dados foram obtidos com o feixe incidindo entre os pixéis (3 e 4), que por sua vez, é uma região menos tensionada e apresenta um perfil de difração mais estreito (tabela 4). Ao contrário, em 17(1) onde o feixe incidia totalmente sobre o pixel, região mais tensionada, resultando em um perfil de difração mais largo (tabela 1).

Com esses resultados comprova-se o efeito de que, quando se incide um feixe de Raios x sobre um cristal detector e, este está na condição de difração de algum de seus planos cristalinos, a taxa de contagem por ele coletada é menor do que fora da condição de difração, em outras palavras, existe uma diminuição da quantidade de fótons efetivamente contados.

O fato de haver uma correlação direta do número de fótons contados pelo cristal detector e a posição angular que ele se encontra (na condição de difração e fora dela), permite que sejam elaboradas algumas aplicações onde este efeito pode ser útil.

De imediato, parece óbvio que a autodetecção da condição de difração em ângulos próximos e exatamente à $\pi/2$ possa ser viável e trazer resultados interessantes. Entretanto o

estudo da difração à $\pi/2$ requer um feixe altamente monocromático e com baixa divergência (isto é, a condição de onda plana e monocromática seria ideal). A preparação de um feixe de Raios x para atingir esta condição pode ser obtida com o dispositivo 4 Cristais (4C).

4.3 Montagem experimental utilizando dispositivo 4 cristais (4C)

São utilizados dois conjuntos 4C para preparar o feixe incidente sobre o DP, com objetivo de trabalhar em ângulos próximos à $\pi/2$. Primeiro é utilizado o conjunto 4C de Ge utilizando a difração dos planos (220) e (440). Posteriormente utiliza-se do 4C de Si utilizando os planos de difração (220). As considerações seguintes são um detalhamento do uso do conjunto 4C.

As características básicas dos dispositivos 4C (divergência e cromaticidade) utilizados neste trabalho estão apresentadas na tabela 5 para as diferentes energias utilizadas.

Energia	Dispositivo monocromador 4C	$\Delta\theta_{div}$ (rad)	$\Delta\lambda$ (Å)
CuK α_1	Ge(220)	$7,8 \cdot 10^{-5}$	$2,9 \cdot 10^{-4}$
CuK α_1	Ge(440)	$3,7 \cdot 10^{-5}$	$4,7 \cdot 10^{-5}$
CuK α_1	Si(220)	$3,3 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
CrK β	Si(220)	$5 \cdot 10^{-5}$	$1,6 \cdot 10^{-4}$
5,9 keV	Si(220)	$5 \cdot 10^{-5}$	$1,6 \cdot 10^{-4}$

Tabela 5: Divergência ($\Delta\theta_{div}$) e cromaticidade ($\Delta\lambda$) para os dispositivos 4C nas diferentes energias utilizadas.

4.3.1 Utilização do 4C Ge (220)

O Laboratório de Óptica de Raios x e Instrumentação (LORXI) dispõe de monocromadores 4C Ge(220) que podem ser montados para difração dos planos (220) ou (440). Esse dispositivo é fixo junto a torre do tubo de Raios x e, foi utilizado na montagem experimental para selecionar a energia incidente sobre o DP. Este é colocado sobre um dos eixos do difratômetro de duplo cristal no arranjo (+,-,-,+)(fig.21), conforme a nomenclatura de

Dumond [25](Apêndice B). O esquema da montagem experimental é mostrado na fig.21.

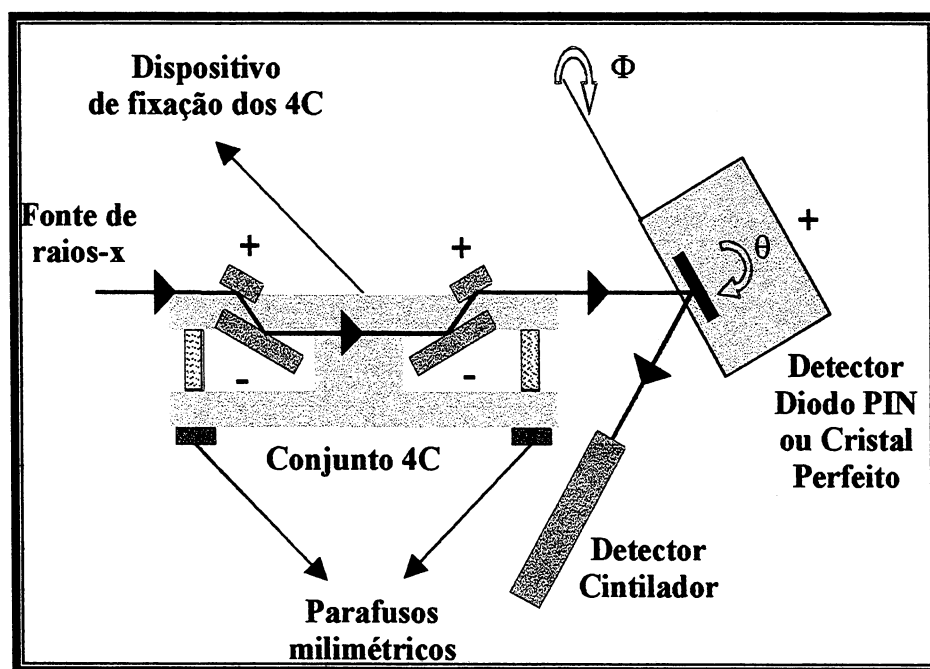


Fig.21: Representação esquemática da primeira montagem com arranjo 4C.

Utilizando o monocromador 4C com a difração dos planos Ge(220), tenta-se no arranjo (+,-,-,+,+) obter os perfis de difração dos planos Si(444) do DP com $\text{CuK}\alpha_1$. Isso porque, tem-se o objetivo de observar o comportamento do contraste em ângulos altos, visando a difração em ângulos próximos a $\pi/2$. Com esse monocromador, o contraste do PDC, quando os planos Si(444) do DP foram selecionados para difração, foi praticamente inexistente. A falta de contraste é atribuída à baixa intensidade difratada devido à divergência e cromaticidade do feixe que sai do dispositivo monocromador 4C Ge(220). Em outras palavras, da distribuição angular e espectral do feixe que incide sobre o DP, apenas uma pequena parte é difratada, o resto é detectado pelo DP, estragando o contraste do PDC

Visando diminuir o fator instrumental do monocromador 4C, opta-se pelo uso dos planos Ge(440) que oferecem divergência e cromaticidade menores (tabela 5). Com este conjunto são obtidos os PD's e PDC's do DP com os planos de difração Si(111) e Si(333) (fig. 22 e tabela 6). Observa-se que, embora a intensidade difratada seja pequena, o contraste para

a contagem de fótons pelo DP é grande (em torno de 55%) para a difração dos planos (111), enquanto que, para a difração dos planos (333) o contraste é de apenas 13%. Para os planos Si(444) não foi obtido perfil de difração, devido ao baixo contraste encontrado para a difração dos planos Si(333).

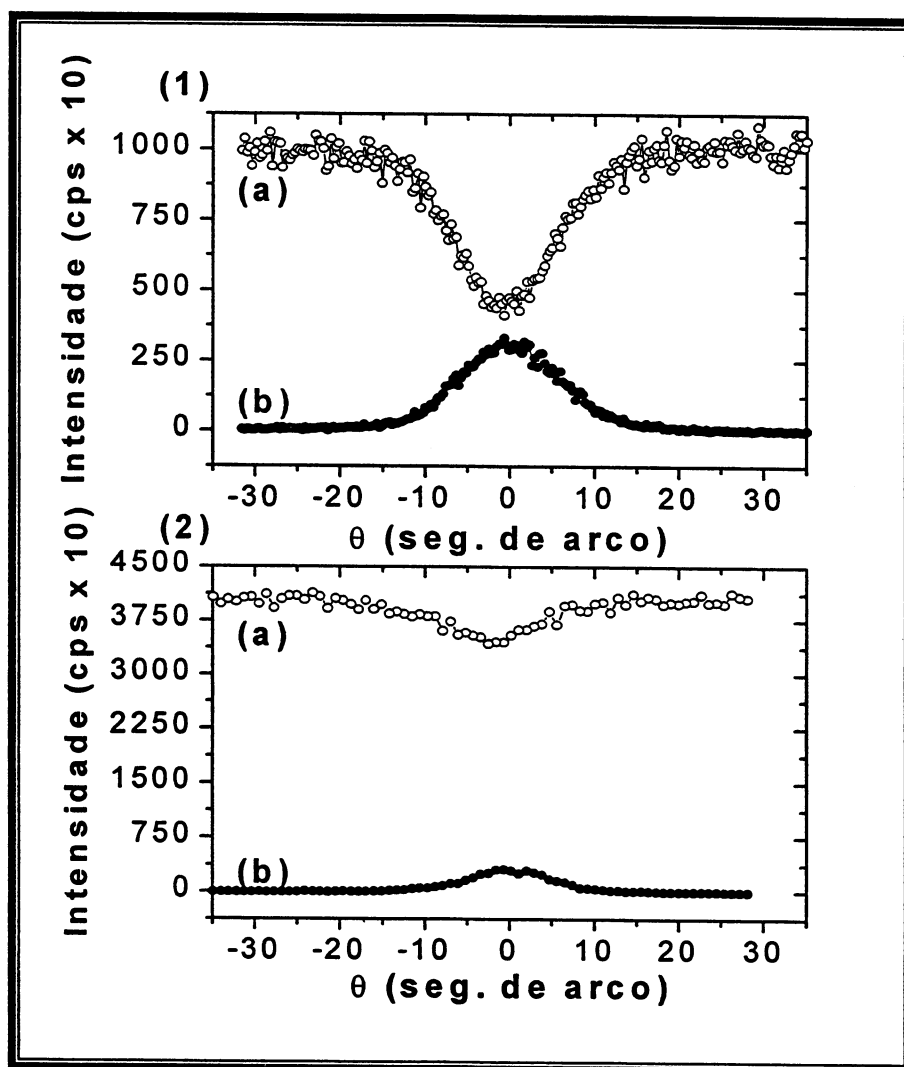


Fig.22: (a) PDC's do DP e (b) PD's do DP. Utilizando $\text{CuK}\alpha_1$, 4C Ge (440). (1) Difração dos planos Si(111) (2) Difração dos planos Si(333).

PLANO DE DIFRAÇÃO	$[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$	LMA (SEG. DE ARCO)	LMA (SEG. DE ARCO)
111	0,55	13,4	13,5
333	0,13	14,1	11,1

Tabela 6: Contraste de diminuição da contagem ($[\text{Imáx.}-\text{Imín.}]/\text{Imáx.}$), largura à meia altura do PDC do DP (LMA), largura à meia altura do PD do DP (LMA) para os planos Si(111) e Si(333) com 4C Ge(440) e $\text{CuK}\alpha_1$, referente à fig.22.

Nestas medidas não se pôde fazer uma análise mais quantitativa pois, as mesmas foram realizadas com o feixe incidindo entre os pixéis, tanto para a difração dos planos Si(111), quanto para os planos Si(333) do DP. O que deve ser ressaltado é um pequeno deslocamento existente entre o máximo do perfil de difração e o mínimo do perfil de diminuição de contagem, que se observa para a difração dos planos Si(333) do DP.

Fazendo uma análise sobre a largura dos perfis obtidos. Observa-se pela tabela 1, que a largura intrínseca para o Si(333) é de 1,9" de arco enquanto que, o observado experimentalmente com este arranjo foi de aproximadamente 11" de arco. Isso deve-se à variação de $\Delta d/d$ do cristal detector, como já observado no capítulo 3, e à cromaticidade e divergência do feixe que sai do 4C. Se for feita a autoconvolução do perfil intrínseco (equação 2.5) do Ge(440) e depois, a convolução com o perfil intrínseco do Si(333), uma largura esperada é de aproximadamente 8" de arco. Esses cálculos foram feitos para se ter uma idéia de como seriam os perfis medidos, sem considerar a cromaticidade do feixe, que deve ser incluída, caso seja desejada uma análise mais rigorosa [26]. Os cálculos de correlação e convolução foram feitos utilizando o programa XOP versão 2.0 [27]. Os perfis de difração e do fator de extinção foram obtidos com um programa desenvolvido em linguagem PASCAL (Apêndice C).

Como no regime próximo à $\pi/2$ utiliza-se o "Bremstrahlung" e, para a energia escolhida (em torno de 5,9 keV) é impossível utilizar o monocromador 4C Ge(440), uma boa alternativa é a utilização do monocromador 4C Si(220) pois apresenta basicamente a mesma divergência que o monocromador anterior, entretanto com uma cromaticidade maior (tabela 5).

Logo optou-se por construir um dispositivo 4C Si(220), não existente ainda no LORXI. Os cristais foram orientados, cortados e polidos quimicamente. Os dispositivos

mecânicos para fixação dos 4C junto ao tubo de Raios x, são os mesmos mostrados esquematicamente na fig.21.

4.3.2 Utilização do 4C Si(220)

O conjunto 4C Si(220) foi inicialmente ajustado usando a linha $\text{CuK}\alpha_1$, com os planos de difração Si(220). As características desse dispositivo são mostradas na tabela 5. Para a caracterização desse conjunto foram obtidos alguns perfis de difração de um monocristal de Si(111),(333) e (444) no arranjo (+,-,-,+,+) mostrados na fig.23. Na tabela 7, mostram-se as larguras à meia altura avaliadas, dos perfis de difração obtidos. Também está mostrado a razão da intensidade do feixe difratado em função do feixe incidente (I/I_0). É importante observar que estes dados trazem informação sobre divergência e cromaticidade do feixe, condicionado pelo dispositivo 4C.

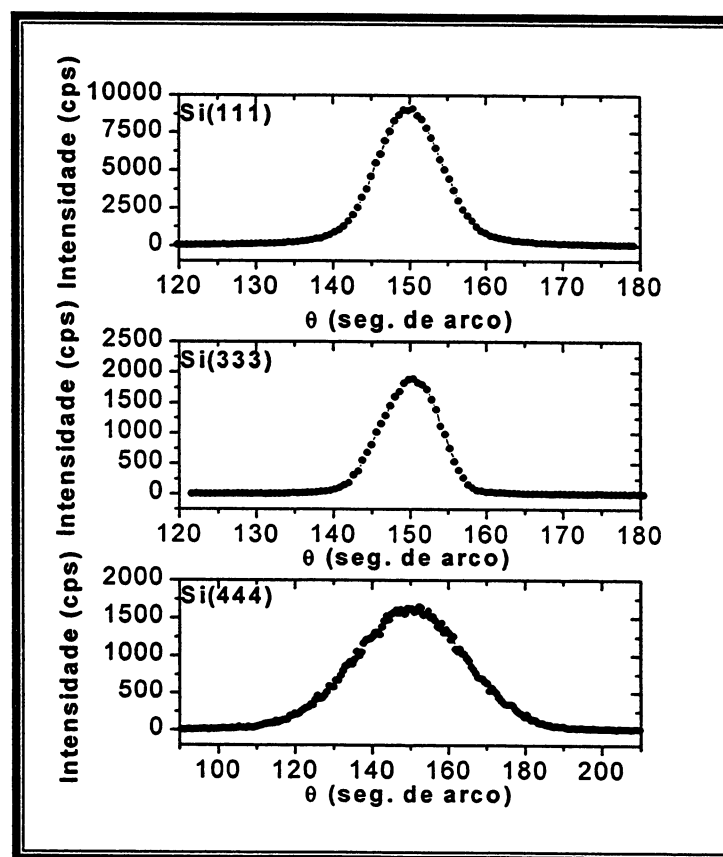


Fig.23: Perfis de caracterização do dispositivo 4C Si (220), utilizando um monocristal de Si “perfeito” difratando os planos (111), (333) e (444), com $\text{CuK}\alpha_1$.

PLANO DE DIFRAÇÃO	LMA (SEG. DE ARCO)	I/I_0	LMA TEÓRICO	I/I_0 TEÓRICO
111	8,5	0,85	9,9	0,59
333	7,6	0,18	7,5	0,23
444	28,9	0,15	9,5	0,53

Tabela 7: Largura a meia altura (LMA) e Razão das intensidades dos perfis de difração (I/I_0) para Si “perfeito” utilizando 4C Si(220) com $\text{CuK}\alpha_1$, para os planos de difração (111),(333) e (444), referente à fig.23. Os valores teóricos foram obtidos para polarização σ a 298K.

Pela tabela 7, observa-se que a caracterização do monocromador 4C está coerente com os valores teóricos obtidos fazendo-se a autoconvolução do perfil intrínseco do Si(220) e, então, convolucionando com os perfis intrínsecos do Si(111), (333) e (444) respectivamente. A grande diferença aparece para o perfil de difração do Si(444) pois, nos cálculos de convolução não é considerada a cromaticidade do feixe incidente, e só é considerada uma polarização (σ).

Com este dispositivo monocromador, em um esquema de montagem idêntico àquele utilizado com 4C Ge(220), foram obtidos PD's e PDC's do DP utilizando os planos (111),(333) e (444), resultando em contrastes variando de 10% para Si(333) a 40% para Si(111) (fig.24 e tabela 8).

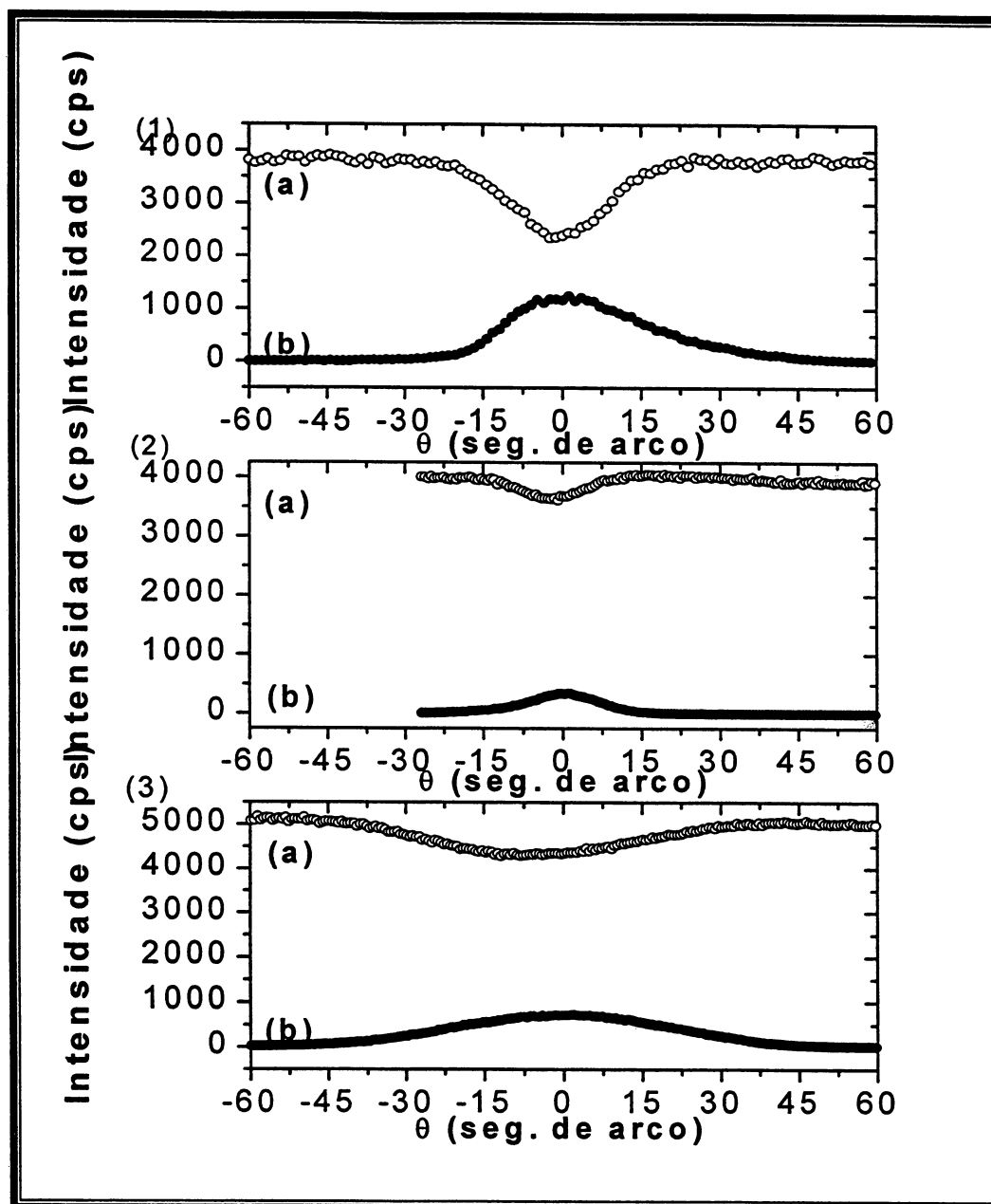


Fig.24: PDC's (a), e PD's (b), do DP. (1) Si(111), (2) Si(333) e (3) Si(444) c/ 4C Si(220) e $\text{CuK}\alpha_1$ 40kV 20mA.

PLANO DE DIFRAÇÃO	[Imáx.-Imín.]/Imáx.	LMAP (SEG. DE ARCO)	LMA (SEG. DE ARCO)
111	0,38	20,1	29,5
333	0,10	13,2	15,4
444	0,15	40,6	44,7

Tabela 8: Contraste de diminuição da contagem ([Imáx.-Imín.]/Imáx.), largura à meia altura dos PDC's do DP (LMAP), largura à meia altura dos PD's do DP (LMA) dos planos Si(111), Si(333) e Si(444) com 4C Si(220) e $\text{CuK}\alpha_1$, referente à fig.24.

O contraste mais bem esperado foi o da difração dos planos Si(444) pois, mesmo em altos ângulos ($\theta \approx 79^\circ$) ele é evidenciado, motivando a aplicação na autodetecção da difração de Raios x em ângulos próximos à $\pi/2$. Apesar da diminuição da divergência, definida pela utilização do dispositivo 4C Si(220), os contrastes e as larguras à meia altura dos PDC's, bem como, as larguras à meia altura dos PD's, são maiores do que quando foi utilizado o dispositivo 4C Ge(440). Isso porque a cromaticidade do feixe que sai do 4C Si(220) é um pouco maior (tabela 5). Novamente nota-se, também, que as larguras dos PDC's e dos PD's são aproximadamente iguais para a difração dos planos Si(333) e Si(444), onde é possível fazer a análise.

Uma observação interessante é que novamente, o mínimo dos PDC's do DP aparecem com um leve deslocamento angular em relação aos máximos dos PD's, sendo evidenciado para os planos de difração Si(333) e Si(444) (3'' e 7'' de arco, respectivamente).

Com estas medidas ficou provado que o efeito da autodetecção da condição de difração utilizando um DP pode também ser observado, com bom contraste, através de um arranjo dispersivo (neste caso 4C mais o analisador). Isso possibilita aplicar o efeito na autodetecção da condição de difração em ângulos próximos e exatamente à $\pi/2$ (onde é necessário um feixe com baixa divergência e cromaticidade, obtidas através do dispositivo monocromador 4C) que será detalhado a seguir.

5. Perfis de Diminuição de Contagem (PDC's) em Ângulos Próximos à $\pi/2$

O contraste observado nos perfis de diminuição de contagem do DP trabalhando em regimes de altos ângulos, Si(444) e energia de 8keV, deu motivação para explorar a região em ângulos próximos e exatamente à $\pi/2$, com objetivo da autodetecção da retrodifração pelo DP.

5.1 Medidas Preliminares Com o Monocromador 4C Si(220)

Utilizando o mesmo arranjo experimental da fig. 21 com 4C Si(220), cujo fator instrumental (divergência e cromaticidade) é mostrado na tabela 5, estudou-se qual seria o possível comprimento de onda a fim de se ter um ângulo de difração próximo à $\pi/2$ para a família de planos (111) do Si. Nesse estudo preliminar, o detector diodo PIN, foi considerado como um cristal de Si perfeito com um parâmetro de rede encontrado em [28] igual a: $a=0,543102088\{12\}\text{nm}$ à 295,5K (o valor entre {} representa a incerteza do valor). O plano cristalino mais apropriado é o Si(333) que apresenta um valor de $2d$ ($2d_{333}=0.209040091\{12\}\text{nm}$) próximo do valor do comprimento de onda da linha $\text{CrK}\beta$ ($\lambda=0.208487\{2\}\text{nm}$)[29]. Com isso tornava-se possível usar a esta linha como referência. A metodologia consistia em procurar a difração do plano Si(333) do DP, para a linha $\text{CrK}\beta$ (algo em torno de $85,8^\circ$) através do PDC, sem utilizar o detector cintilador (por se estar trabalhando muito próximo da fonte de Raios x, impossibilitando sua colocação). Então o DP era parado na condição de mínima contagem. Em seguida mudava-se levemente o ângulo de difração do segundo par sulcado do monocromador 4C Si(220), através do ajuste com o parafuso milimétrico (fig.21), até chegar ao comprimento de onda desejado. O comprimento de onda era alterado vagarosamente e para cada posição do monocromador, um perfil de difração do detector

diodo PIN era obtido. Os primeiros resultados são mostrados na fig.25 e tabela 9.

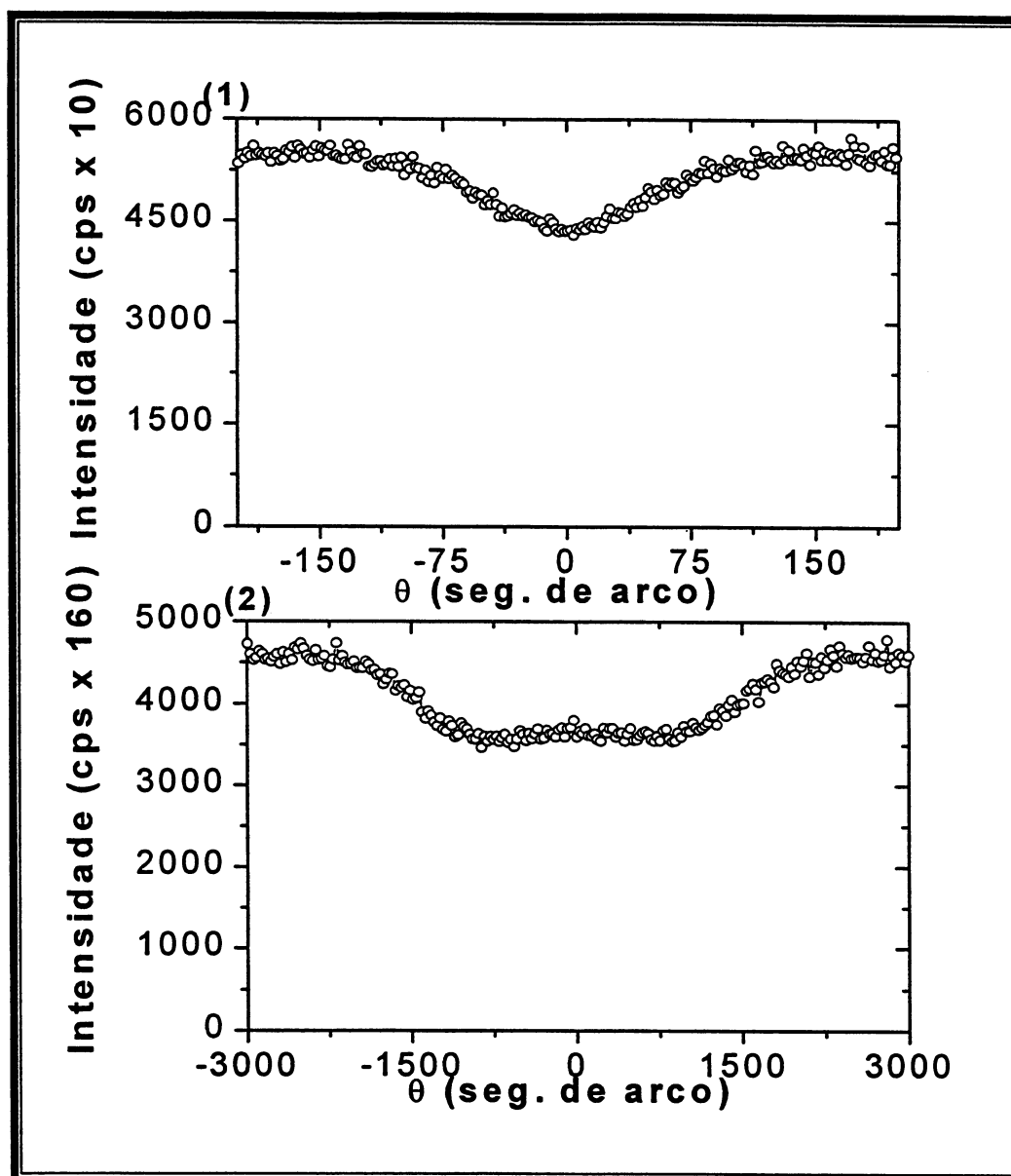


Fig.25: PDC do DP. Si(333) c/ 4C Si(220): (1) utilizando Cr K β e (2) utilizando "Bremstrahlung" próximo (na direção de energias mais baixas) da linha CrK β , ângulo de difração de aproximadamente $\pi/2$.

PLANO DE DIFRAÇÃO	[Imáx.-Imín.]/Imáx.	LMAP (SEG. DE ARCO)	COMPRIMENTO DE ONDA (nm)
333	0,23	100	0,208487
333	0,24	2400	Próximo 2d ₃₃₃

Tabela 9: Contraste de diminuição da contagem ([Imáx.-Imín.]/Imáx.), largura à meia altura do detector diodo PIN (LMAP), largura à meia altura dos perfis de difração (LMA) dos planos Si(333), com duas diferentes energias incidentes, referente à fig.25.

Estes resultados (fig.25 e tabela 9) mostram um bom contraste (de 23% a 24%) e perfis simétricos. As larguras à meia altura encontradas para o perfil de diminuição de contagem utilizando o comprimento de onda a linha $\text{CrK}\beta$ (em torno de $100''$ de arco), e o "Bremstrahlung" para o caso de retrodifração ($2400''$ de arco), estão bem longe dos valores previstos pela teoria dinâmica de difração de Raios x para cristais perfeitos (equações 2.8 e 2.9)(aqui considera-se o aspecto, antes evidenciado, que a largura do PDC do DP é aproximadamente a mesma do PD). Os valores são de aproximadamente $24''$ de arco para $\text{CrK}\beta$ e polarização σ e, de $1200''$ de arco para o comprimento de onda no qual o ângulo de difração do DP é aproximadamente $\pi/2$. Para último caso, este acréscimo na largura deve-se somente à dispersão. Para o caso da difração obtida com a linha característica soma-se à dispersão, à tensão no cristal e à contribuição do outro estado de polarização.

Essa medida preliminar mostrou uma maneira inovadora de se detectar retrodifração de Raios x. A detecção da retrodifração não é tarefa fácil pelo fato do feixe difratado (h) estar sobre o feixe incidente. Muitos trabalhos mostram algumas maneiras de detecção do feixe h, que, em raríssimas exceções, o detectam exatamente à $\pi/2$. Para detecção do feixe h em ângulos exatamente à $\pi/2$ existem basicamente dois métodos, o primeiro método do detector semitransparente que utiliza, ou uma câmara de ionização, como proposto em [5], ou um cristal semitransparente, como proposto em [6], [7]. Outro método é o proposto no presente trabalho utilizando um detector, que atua como detector e difrator simultaneamente. Em [8],[9] e [30] é apresentada uma outra maneira de detecção do feixe h, entretanto o ângulo de difração máximo detectado, pelas dimensões apresentadas em [9] é de $89,7^\circ$, não exatamente em $\pi/2$. O arranjo apresentado por ele basicamente é uma lâmina metálica fluorescente à radiação difratada. Esta lâmina possui um pequeno furo ($\phi = 0,5\text{mm}$) que permite a passagem do feixe incidente, a amostra fica a 42mm da placa metálica. Um detector cintilador mede a

intensidade da fluorescência provocada pelo feixe retrodifratado.

O resultado da retrodifração do DP mostrou a possibilidade da auto detecção da condição de difração para ângulos próximos e exatamente a $\pi/2$. Entretanto a seleção do comprimento de onda era muito grosseira, utilizava-se um parafuso com passo milimétrico para rotacionar o segundo par sulcado do monocromador 4C. O problema é que no regime de retrodifração, devido a alta resolução em energia, uma mudança mínima no comprimento de onda da radiação incidente sobre o cristal (neste caso o DP), causa uma grande mudança na posição angular do perfil de difração. Para melhorar um pouco o sistema de seleção da energia (ou comprimento de onda) optou-se pela fixação de um parafuso micrométrico (fig. 26) para mudar a posição angular do segundo par sulcado do dispositivo 4C. Com isso foi possível obter uma melhor sensibilidade durante a mudança do comprimento de onda.

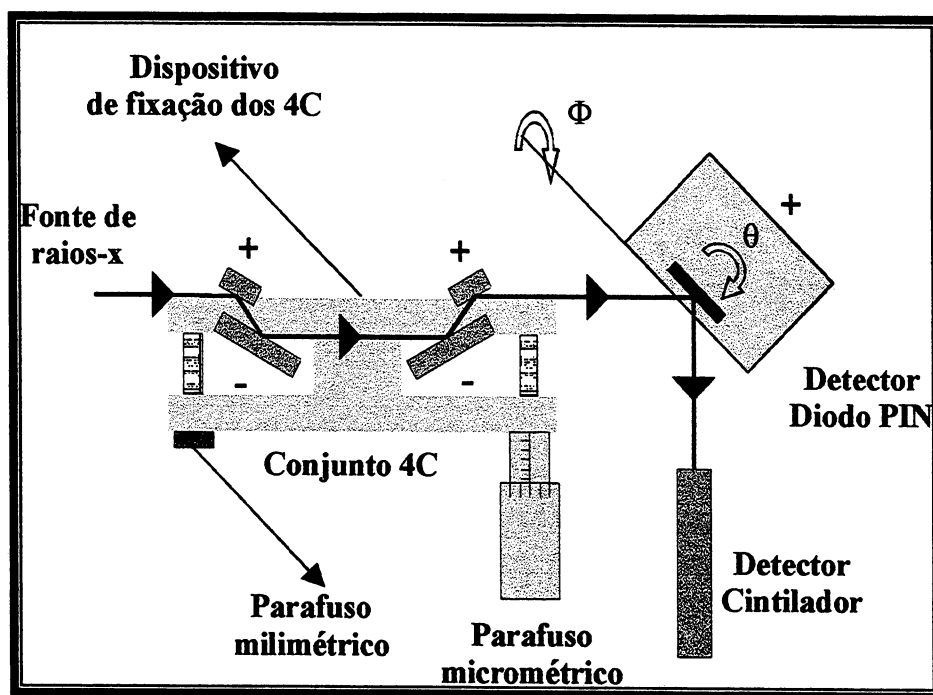


Fig.26: Representação esquemática do dispositivo 4C utilizando um parafuso micrométrico.

Todo o conjunto (tubo de Raios x, 4C e DP) foi, então, colocado dentro de uma caixa de poliestireno expandido afim de estabilizar a temperatura no experimento, principalmente

porque que em retrodifração a temperatura também tem um fator de importância considerável. Outro aspecto que contribui para uma boa estabilidade térmica é que o DP encontra-se dentro de uma caixa de alumínio fechada.

Uma variação de 1K na temperatura do cristal que está submetido à difração, dependendo da constante de expansão térmica do material (para Si, $\alpha=2,56.10^{-6}/K$ [31]), pode provocar uma mudança na posição angular do perfil de difração de alguns minutos de arco. A temperatura, nesta fase do trabalho foi mantida em $298\text{ K} \pm 0,2\text{ K}$. Usando a relação $\Delta\theta = \Delta T \cdot \alpha \cdot \text{tg}(\theta)$ [5], estima-se que a variação angular do perfil de difração devido à variação de $\pm 0,2\text{ K}$ para Si (333) “perfeito” à $89,5^\circ$ não passe de $24''$ de arco.

Foram então obtidos perfis de difração do DP primeiramente com a linha $\text{CrK}\beta$. Como o ângulo é um pouco alto (impossibilitando a colocação do detector cintilador) o ajuste do ângulo ϕ (perpendicular ao plano de difração) foi realizado até obter a menor largura à meia altura do PDC do DP.

O ponto de mínimo do perfil obtido (com a linha $\text{CrK}\beta$) é a referência angular ($\theta \approx 85,8^\circ$). A partir de então, mudava-se gradativamente a energia incidente sobre o detector diodo PIN, rotacionando o segundo cristal sulcado do dispositivo 4C, sempre para o lado de energias menores. Para cada posição de energia um perfil de diminuição de contagem era obtido. Os perfis para as energias que resultam difração próximo à $\pi/2$ são apresentados na fig.27. A escala angular foi obtida considerando uma referência bem definida, ou seja, a metade da distância angular entre os dois perfis de diminuição de contagem é $\pi/2$.

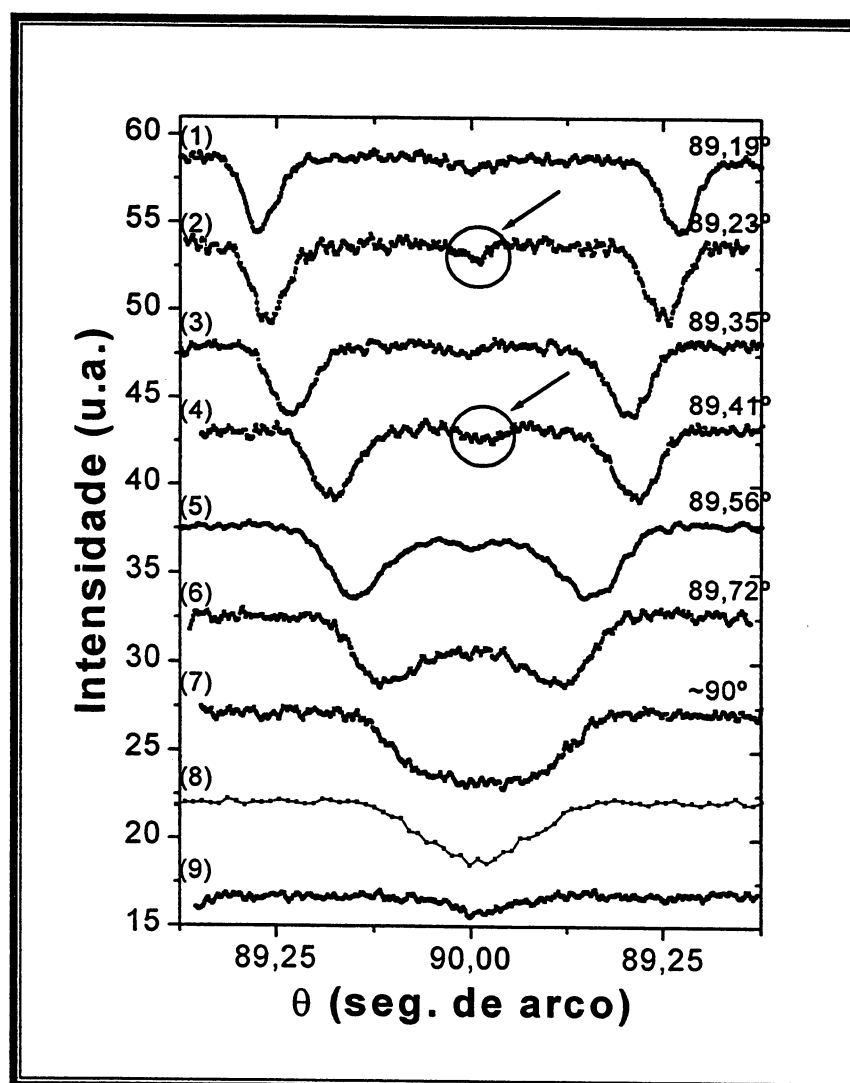


Fig.27: PDC's do DP. Si(333) c/ 4C Si(220), utilizando "Bremstrahlung" próximo (na direção de mais baixas energias ~5,940keV) da linha Cr K β , difratando próximo de $\pi/2$ à 298K. O erro na determinação angular dos perfis ficou por conta do ajuste da curva e foi de aproximadamente 0,01°.

PERFIL	LMAP (SEG. DE ARCO)
1	457
2	494
3	545
4	584
5	978
6	1326
7	X
8	X
9	X

Tabela 10: Largura à meia altura dos PDC's do DP (LMAP) dos planos Si(333) na região de retrodifração referente à fig.27.

Um aspecto interessante observado nestes resultados é que, em praticamente todos os perfis, existe uma pequena diminuição da contagem exatamente à $\pi/2$, denunciando algum tipo de difração. Isso será analisado na última seção deste capítulo.

Os contrastes dos perfis variaram de 23% à 24%, mostrando a total viabilidade das medidas.

A mesma análise anteriormente feita, com relação à profundidade de extinção e penetração, também pode ser feita aqui, como mostram os valores, para um $\lambda=0,209010\text{nm}$, encontrados na tabela 3.

Com relação aos perfis obtidos poderia-se tentar simulá-los como o inverso do perfil de refletividade, como comentado no capítulo 4. Nesse caso é preciso fazer uma análise da equação (2.11). Como citado no capítulo 3, pela análise das topografias, o valor estimado de $\Delta d/d$ do DP varia de 10^{-4} a 10^{-6} , isso significa que o único termo que pode ser desprezado no regime próximo de $\pi/2$ na equação (2.11) é $\cot\theta(\Delta\theta)$, uma vez que $\Delta d/d$ vai ser maior ou da ordem de $C|\chi_h|$. Então a resolução em energia do cristal DP na região de retrodifração tem um valor estimado de $\Delta\lambda/\lambda = 1,3 \cdot 10^{-5}$ que, para o comprimento de onda utilizado resulta em $\Delta\lambda=2,6 \cdot 10^{-5}\text{\AA}$, que é uma ordem de grandeza menor do que a banda espectral do monocromador 4C ($\Delta\lambda=1,6 \cdot 10^{-4}\text{\AA}$). Logo, uma explicação do porque os PDC's em retrodifração terem largura à meia altura muito maiores do que as previstas pela teoria dinâmica de retrodifração. Então, se fosse possível a colocação do cristal DP no arranjo não dispersivo próximo de $\pi/2$, esperaria-se um contraste muito maior do que todos os demais observados neste trabalho, isso partindo do fato que o cristal DP mesmo tensionado, é muito melhor do que um cristal mosaico, já que em [32],[33] afirma-se que um cristal mosaico comporta-se como um cristal perfeito em regiões próximas à $\pi/2$, sendo que o perfil de difração resultante apresenta uma pequena redução da amplitude difratada.

5.2 Medidas com o monocromador 4C Si (220) instalado sobre os eixos do difratômetro de duplo cristal.

No arranjo anterior, foi utilizado um parafuso micrométrico para selecionar, através do dispositivo monocromador, o comprimento de onda que incidia sobre o DP. Isso possibilitou uma sequência de medidas na região de retrodifração. Entretanto era impossível saber qual o comprimento de onda utilizado em cada varredura. Esta informação poderia ser obtida através do parâmetro de rede do Si, pois estando próximo de $\pi/2$ tem-se a possibilidade de utilizar os dois PDC's para determinação do ângulo, dessa forma conhecendo-se "d" com grande precisão poderia-se determinar, através da lei de Bragg (equação 2.10), o comprimento de onda. Entretanto o parâmetro de rede do DP não pode ser considerado como o parâmetro de rede de um cristal de Si perfeito pois, como analisado no capítulo 3, ele está tensionado.

A alternativa foi montar o dispositivo monocromador 4C sobre os eixos do difratômetro duplo cristal e o DP sobre um dos eixos de um outro difratômetro. Isso melhorou muito o arranjo experimental, pois tornou-se possível selecionar a energia através da mudança da posição angular dos dois cristais sulcados com erro de posicionamento menor que 0,06" de arco ($\Delta\lambda = 5 \cdot 10^{-7} \text{ nm}$). Esse valor é melhor do que o erro do valor tabelado para o comprimento de onda da linha CrK β , que é de $2 \cdot 10^{-6} \text{ nm}$ [29]. Essa montagem é vantajosa em relação à montagem anterior, pois o feixe de saída do 4C não muda de posição sobre o detector diodo PIN quando a energia é alterada, além disso, pode-se determinar qual comprimento de onda se está trabalhando, utilizando um comprimento de onda (λ) de referência, que no caso é o da linha CrK β . A montagem é esquematizada na fig.28.

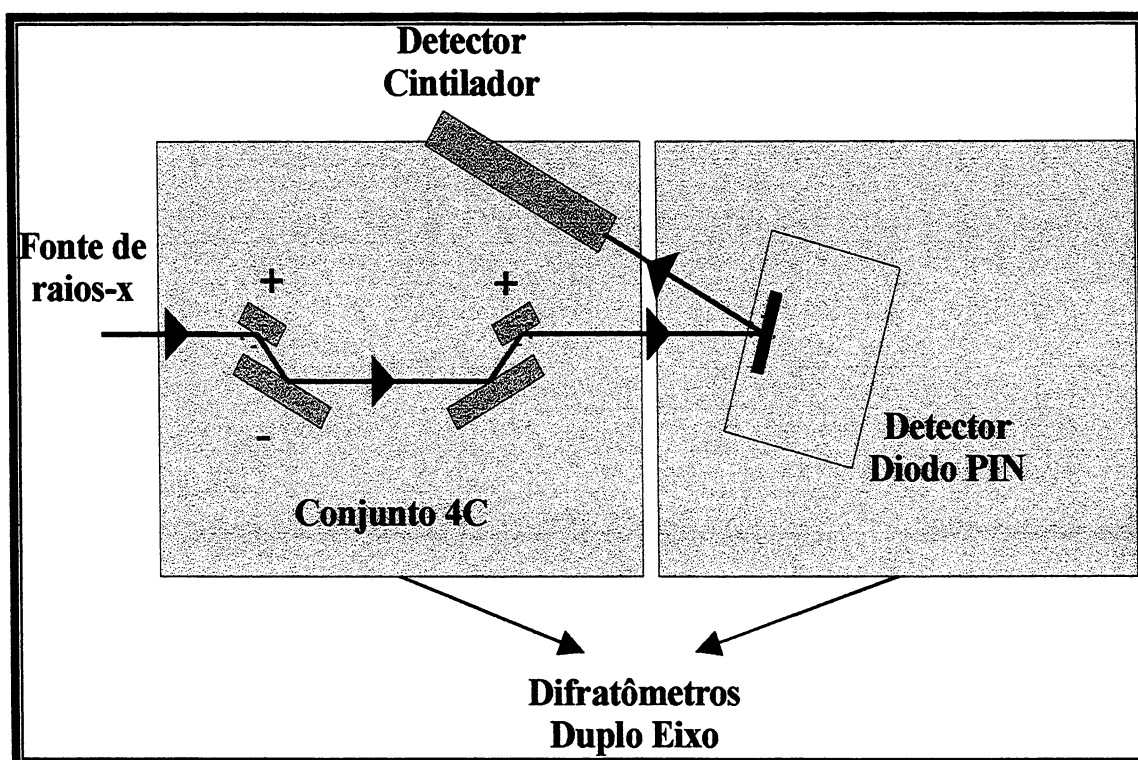


Fig.28: Representação esquemática utilizando os quatro cristais sobre o difratômetro de duplo cristal e o DP sobre o eixo de um segundo difratômetro.

Outras características da montagem apresentada na fig. 28 são: a) torna-se possível a colocação do detector cintilador (pois a fonte fica mais distante) para identificar a difração da linha $\text{CrK}\beta$; b) favorece a obtenção de outro tipo de medida: deixa-se o DP parado em uma posição angular fixa e faz-se uma varredura em energia (através do monocromador 4C $\text{Si}(220)$) com feixe que incide sobre ele. Com isso torna-se possível ter uma boa precisão no comprimento de onda em que ocorre a difração, através da medida do deslocamento angular dos dois cristais sulcados do dispositivo 4C.

5.2.1 Varredura e seleção da energia incidente sobre o Detector Diodo PIN (DP) utilizando o dispositivo monocromador 4C

As medidas foram realizadas primeiramente selecionando, com o monocromador 4C $\text{Si}(220)$, o comprimento de onda da linha $\text{CrK}\beta$. Com esse comprimento de onda foi obtido o PDC do DP para os planos de difração $\text{Si}(333)$ (fig.29(1)). A partir disso posicionava-se o DP

angularmente no mínimo deste PDC, deixando-o parado, enquanto variava-se a energia incidente sobre ele. Na fig. 29(2) mostram-se as medidas registradas no DP e no detector cintilador.

No comprimento de onda para o qual ocorre difração, existe uma diminuição de contagem e um feixe difratado aparece no detector cintilador (neste arranjo por estar longe da fonte foi possível a sua colocação)(fig.29(2)). Com essa varredura espectral, calibrava-se o comprimento de onda em que ocorre a difração (dentro da precisão do ajuste da curva) em relação ao comprimento de onda tabelado[29] da raia $\text{CrK}\beta$, que é o valor de intensidade máxima na curva de varredura em energia. A partir daí, o procedimento adotado foi mover angularmente o detector diodo PIN até próximo de $\pi/2$ (por exemplo $89,4^\circ$) e em seguida era feita novamente a varredura em energia sobre o DP. O perfil típico obtido para esta varredura é mostrado na fig. 30(2). Nota-se um decréscimo na intensidade registrada pelo detector diodo PIN em torno de 20%, exatamente para o comprimento de onda em que ocorreu difração (fig.30 (2)). Com o comprimento de onda conhecido (posicionava-se angularmente o monocromador 4C onde ocorreu o mínimo da varredura em energia), fez-se a varredura angular com o detector diodo PIN, cujo resultado é mostrado na fig. 30(1).

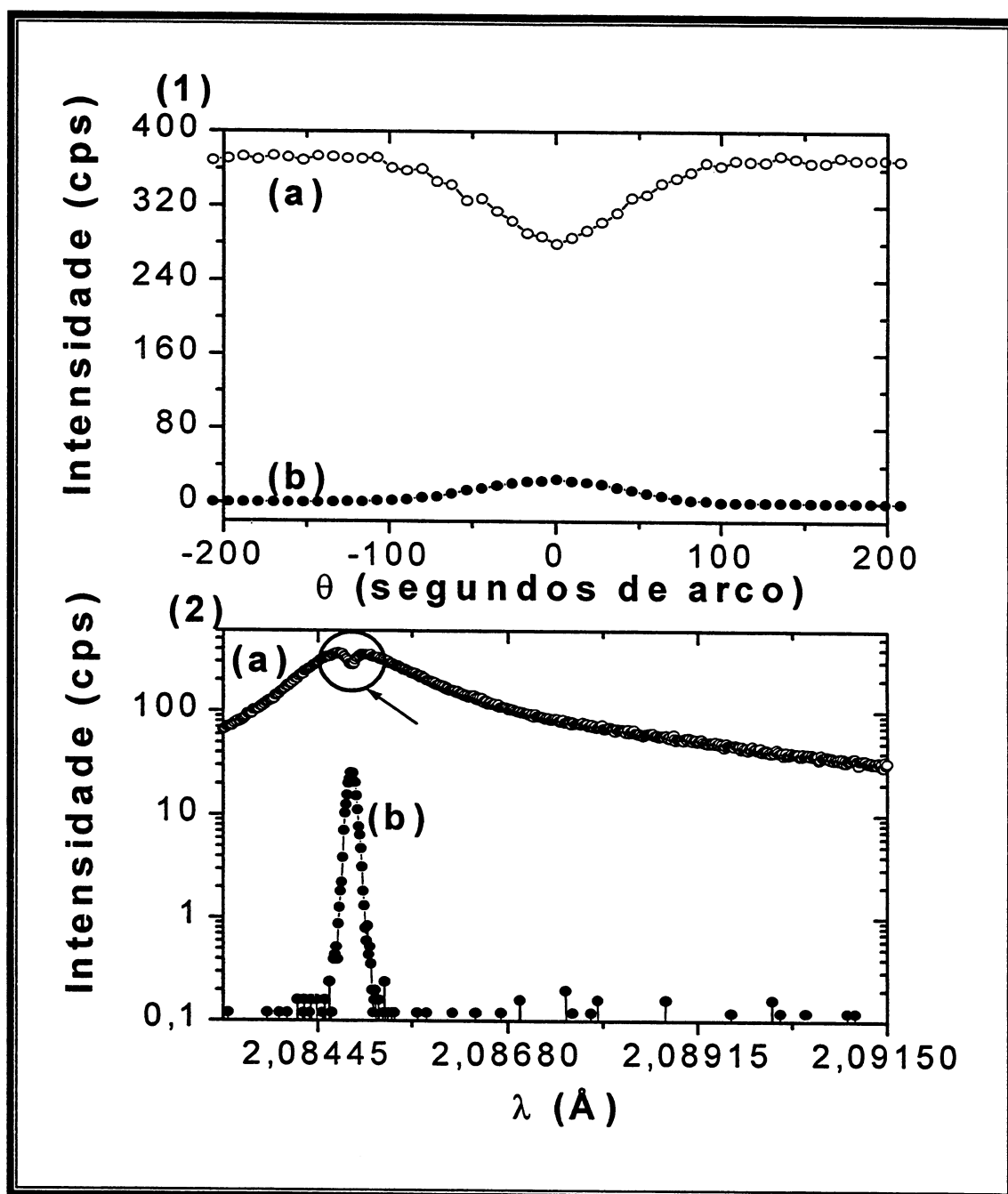


Fig. 29: (1) Varredura angular em θ do DP difratando os planos Si (333) com $\text{CrK}\beta$, (2) Varredura em energia sobre o DP fixo na posição de difração para $\text{CrK}\beta$, (a) Contagens DP (PDC); (b) Contagens Detector Cintilador (PD).

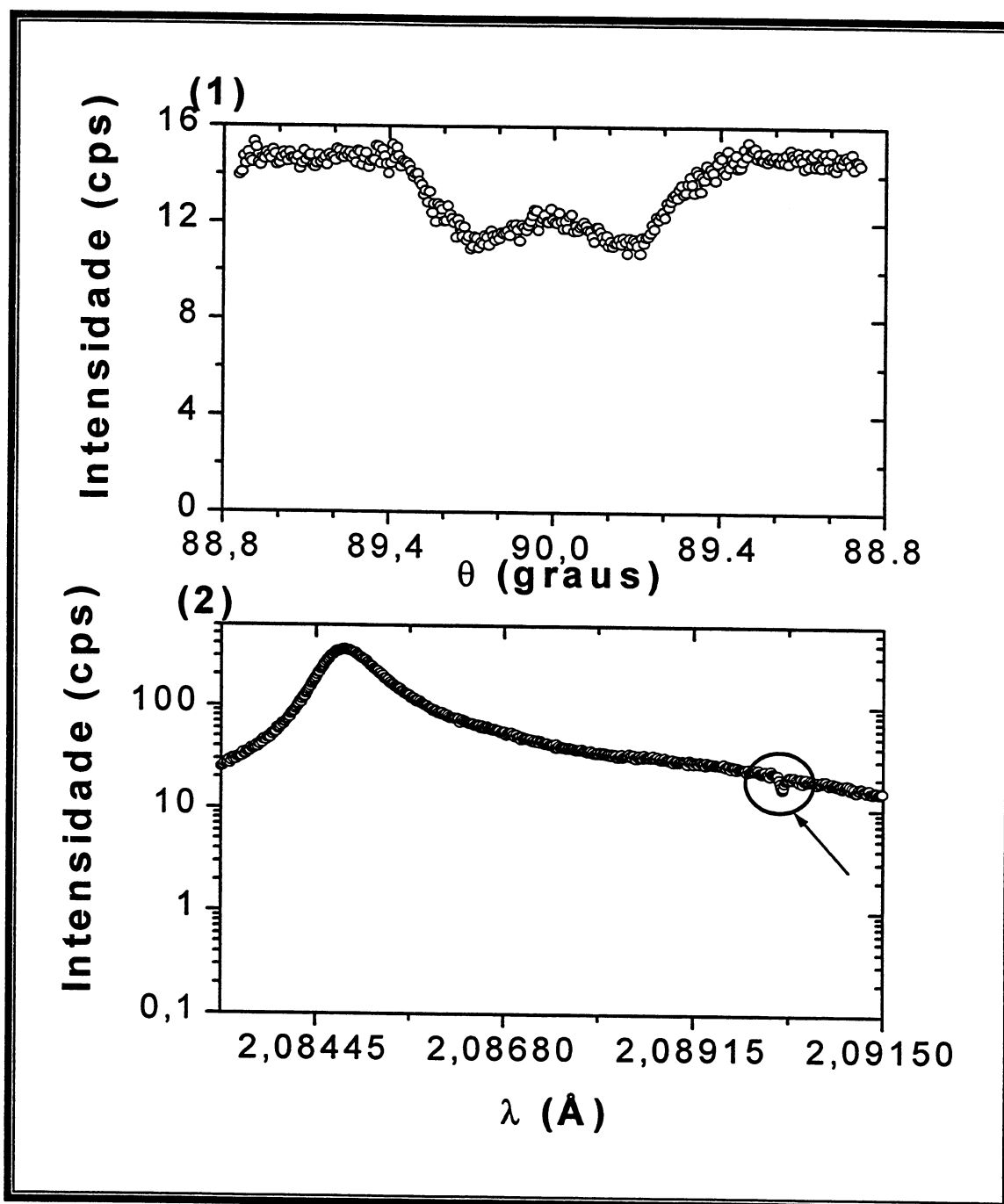


Fig. 30: (1) PDC do DP difratando os planos Si (333) com Cr ("Bremstrahlung") (varredura angular em θ), (2) Varredura em energia sobre o DP fixo na posição (1).

Um ponto importante também investigado foi a presença de harmônicos quando trabalhando um pouco fora da raia característica ("Bremstrahlung"). Utilizava-se o tubo de Cr operando em 40kV e 15mA favorecendo a presença de harmônicos de 12keV, 24keV e 36keV, devido aos planos (440, 660 e 880 do monocromador Si(220)). Tentou-se trabalhar

com tensão menor 20kV e 30mA (existiria ainda o harmônico de 12 keV), entretanto a intensidade detectada era 20% menor e, o contraste não foi alterado. Então resolveu-se utilizar um detector Si-PIN (AMPTEK) para analisar o feixe de saída dos 4C. Os resultados estão presentes na fig.31, e mostram praticamente a ausência de harmônicos uma vez que o de ~12keV tem uma intensidade três ordens de grandeza menor do que o harmônico principal de ~6 keV

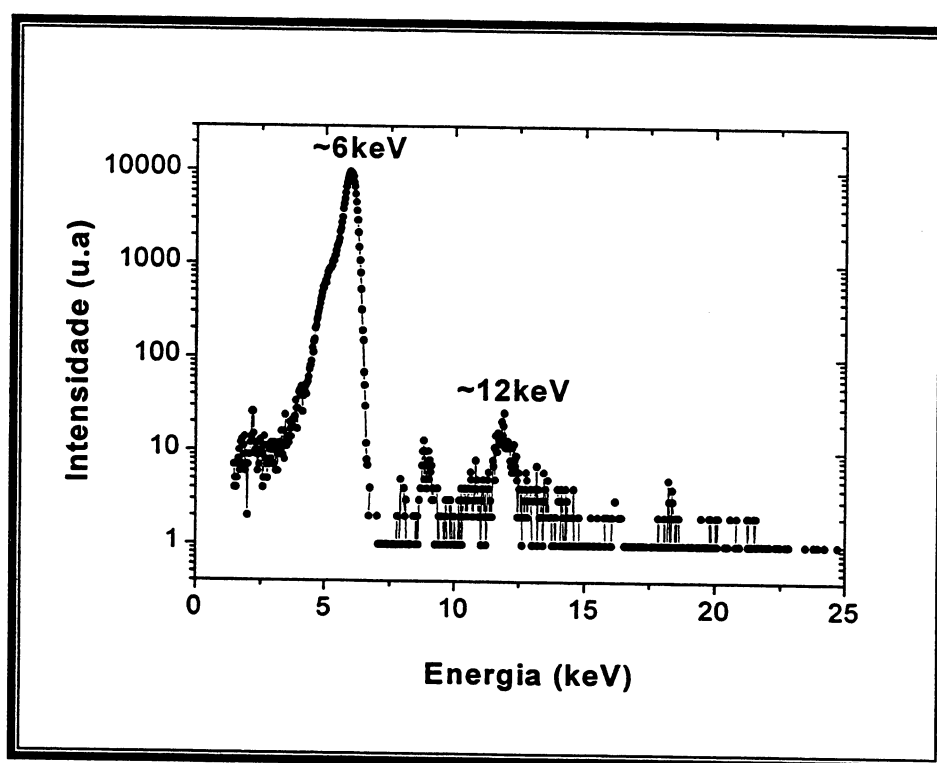


Fig. 31: Análise do Espectro de energia do 4C Si220 para $\lambda=0,209010$ nm ≈ 50 eV da raia Cr K β (40kV 15mA).

5.2.2 Medidas dos Perfis de Diminuição de Contagem (PDC's) em $\pi/2$.

Foram obtidos os PDC's em ângulos próximos à $\pi/2$. O procedimento consistia primeiramente no ajuste do ângulo ϕ (perpendicular ao plano de difração) com o comprimento de onda Cr K β . Para cada valor do ângulo ϕ era obtido uma varredura em θ (ou seja um PDC e um PD). O ângulo ϕ é considerado ajustado quando a largura do PD ou do PDC obtido é a menor possível.

Adotando a sistemática da seleção da energia com o dispositivo monocromador 4C discutida na seção anterior, era ajustado o comprimento de onda que incidia sobre o detector. Com o comprimento de onda $\lambda=0,209002$ nm iniciou-se as medidas em retrodifração. O PDC obtido é o número (1) da fig. 32.

A partir desse primeiro perfil de retrodifração foi dada continuidade nas medidas. Mudava-se a energia no 4C (sempre no sentido de menores energias) e, para cada valor de energia era obtido um PDC. A variação do comprimento de onda de uma medida a outra foi de $1,5 \cdot 10^{-6}$ nm. A seqüência de medidas está mostrada na fig. 32. Nesta seqüência de medidas a temperatura foi mantida em $300\text{K} \pm 0,2\text{K}$.

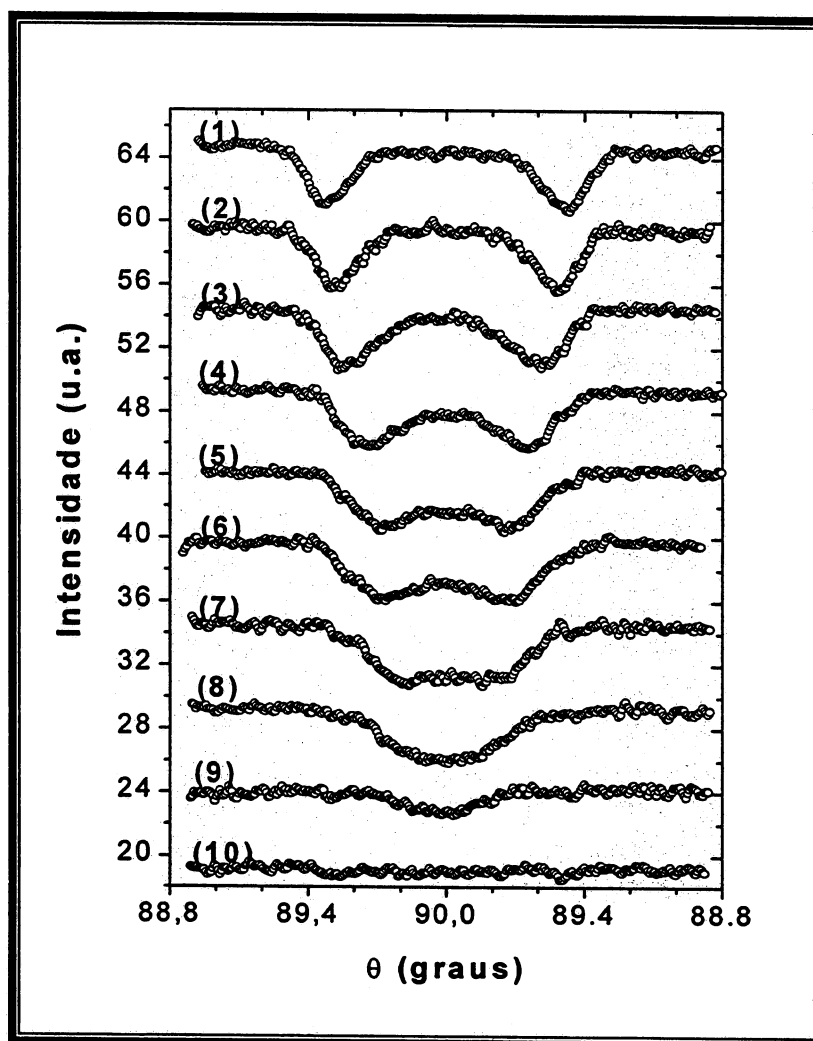


Fig. 32: PDC's do DP em retrodifração para os planos Si(333) c/ "Bremstrahlung" próximo da linha Cr $K\beta$ à $300\text{K} \pm 0,2\text{K}$.

PERFIL	λ (nm)	ÂNGULO DE DIFRAÇÃO (graus)	$[I_{\text{máx.}}-I_{\text{mín.}}]/I_{\text{máx.}}$	LMAP (Seg. de arco)
1	0,209002	$89,47^{\circ}\{1\}$	0,19	643
2	0,209004	$89,52^{\circ}\{1\}$	0,19	701
3	0,209005	$89,57^{\circ}\{1\}$	0,19	807
4	0,209007	$89,66^{\circ}\{1\}$	0,19	1223
5	0,209009	$89,73^{\circ}\{1\}$	0,19	X
6	0,209010	$89,76^{\circ}\{1\}$	0,19	X
7	0,209011	$\approx 90^{\circ}$	0,19	X
8	0,209013	X	0,19	X
9	0,209014	X	X	X
10	0,209015	X	X	X

Tabela 11: Comprimento de onda, ângulo de difração, contraste de diminuição da contagem ($[I_{\text{máx.}}-I_{\text{mín.}}]/I_{\text{máx.}}$), largura à meia altura dos PDC's do DP(LMAP) dos perfis referentes à fig.32. Os valores marcados com X indicam medidas de difícil avaliação quantitativa. As incertezas são principalmente devido ao ajuste das curvas.

Os resultados da fig.32 mostram contrastes em torno de 20% (tabela 11). Nessas medidas não é evidenciada a pequena diminuição de contagem existente na fig.27 para exatamente $\pi/2$. Essa diminuição de contagem para a difração dos planos (333) está associada aos picos relatados em [5], [12] justificados pela presença de difrações múltiplas e, aparecem nos perfis teóricos quando se faz o cálculo para mais que dois feixes [7]. Usando a difração dos planos Si(800) os autores de [30] detectam uma pequena diminuição de contagem também à $\pi/2$, entretanto segundo os autores essa diminuição de contagem desaparece quando o ângulo ϕ (perpendicular ao plano de difração) é alterado.

Procurou-se investigar o surgimento, ou não, desta diminuição de contagem como conseqüência do ângulo ϕ . Parando na posição (6) da fig. 32 variava-se o ângulo ϕ . Para cada valor de ϕ , a posição angular dos perfis (obtida pela varredura angular em θ) é alterada, mesmo com a divergência vertical sendo alta (algo em torno de $0,2^{\circ}$). As medidas são apresentadas na fig.33. A posição em ϕ para a qual os dois PDC's estão mais afastados na escala θ , é o ângulo exato da condição de $\pi/2$ [8], como a posição (4) da fig. 33.

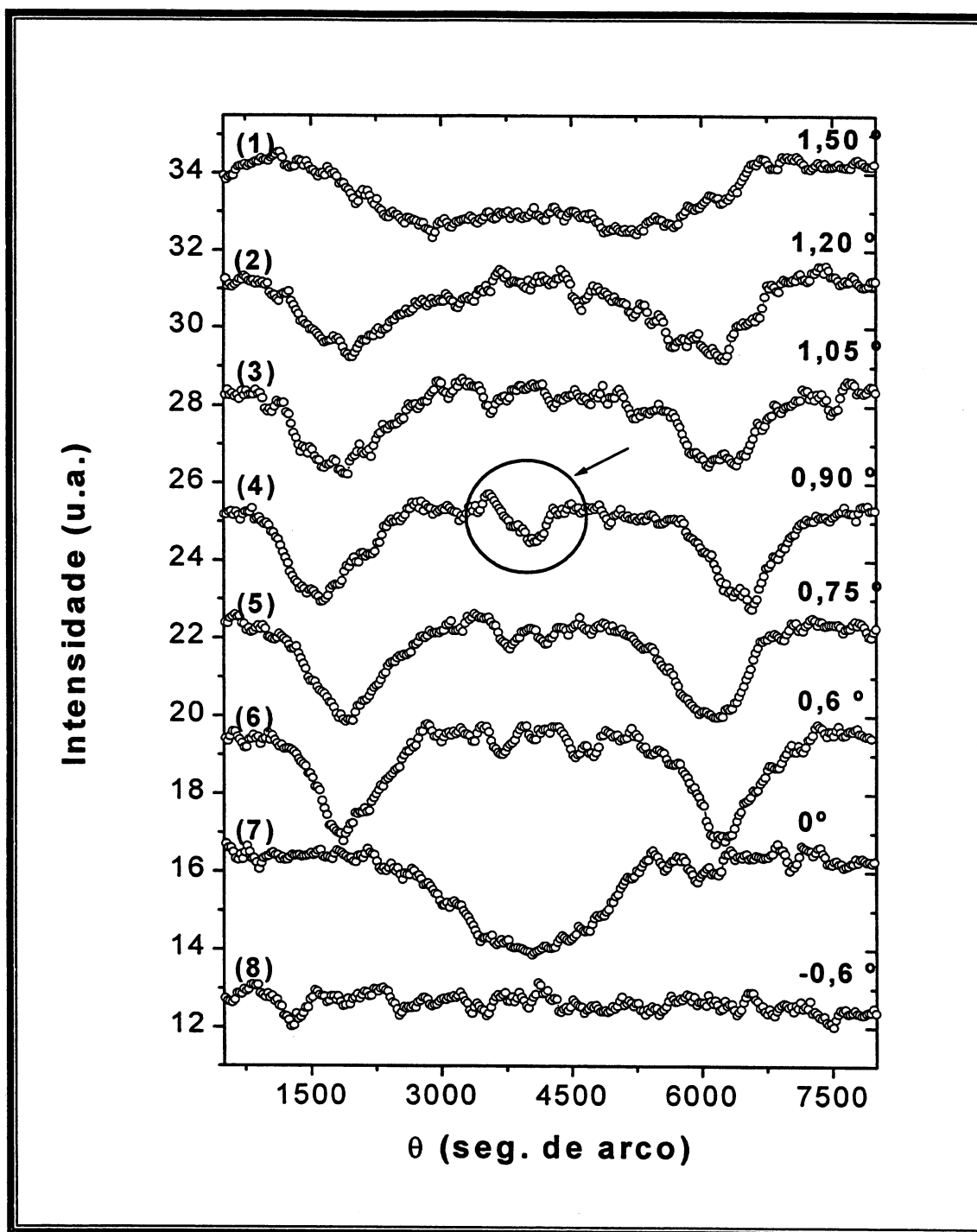


Fig. 33: Conseqüência da variação do ângulo ϕ nos PDC's do DP em retrodifração para os planos Si(333) com "Bremstrahlung" ($\lambda=0,209010$ nm).

Então, no caso do perfil 4, o comprimento de onda incidente é de $0,209010\text{nm}^2$, utilizando a equação (2.10) para $y_z=0$, o valor esperado para o ângulo de difração com Si (333) perfeito à 300K era de $89,07^\circ\{3\}$, entretanto o melhor valor encontrado foi de $89,31^\circ\{3\}$. Esta diferença talvez seja explicada pelo fato do parâmetro de rede do cristal

detector diodo PIN não ser exatamente igual àquele de um cristal perfeito, devido ao grau de tensão a que está submetido. Outras explicações seriam que o ângulo ϕ precisaria de um melhor ajuste, pois o sistema utilizado para seu ajuste é bastante grosseiro e, uma outra justificativa, menos provável, seria que existe um erro significativo no valor de λ tabelado para $\text{CrK}\beta$.

Utilizando, então, a diferença angular entre os dois perfis em (4) na fig. 33 que é de $5000''$ de arco e, conhecendo-se o comprimento de onda ($\lambda = 0,209010\text{nm}$) pode-se determinar o parâmetro de rede do detector diodo PIN. O valor obtido é de $d_{333} = 0,104513(2)\text{nm}$, portanto diferente do valor encontrado em [28] para Si(333) perfeito de $0,104520243(12)\text{nm}$.

6. Conclusões e Sugestões para Trabalhos Futuros

O detector diodo PIN (DP) foi caracterizado através da análise dos perfis de difração (no arranjo não dispersivo) para os diferentes pixéis, utilizando a difração dos planos Si(333) e $\text{CuK}\alpha_1$. Estes perfis mostram, pelas diferentes larguras à meia altura encontradas, os diferentes graus de tensão para os diferentes pixéis. Confirmado também nas imagens topográficas de Duplo cristal e Lang, onde é estimado um $\Delta d/d$ variando de 10^{-4} a 10^{-6} sobre a área do cristal. Essas tensões distribuídas sobre o cristal influenciaram nos demais perfis de difração obtidos em praticamente todas as outras medidas, que apresentaram larguras bem maiores do que aquelas previstas pela teoria dinâmica de difração de Raios x.

Foi comprovado o efeito de diminuição de contagem, quando um detector monocristalino é colocado em condição de difração. Os perfis de diminuição de contagem (PDC's) do DP (operado no modo pulso), tanto no arranjo duplo cristal (não dispersivo) como para o arranjo de 5 cristais (4 Cristais mais analisador), apresentaram largura à meia altura semelhante aos perfis de difração (PD's). O contraste dos perfis é menor para planos de difração de mais alta ordem, justificado pelo grau de tensão da rede cristalina do DP, para o arranjo não dispersivo. Para o arranjo dispersivo soma-se a este fator a cromaticidade e divergência do feixe que sai do dispositivo monocromador 4 cristais (4C).

A eficiência do DP em relação ao detector cintilador BICRON é muito próxima de 100%, para a faixa de energia utilizada. Lembrando que este cintilador foi utilizado como referência na comparação entre as contagens do feixe difratado e incidente sobre o DP. Ainda foi verificado, posteriormente, que este detector cintilador apresenta uma baixa homogeneidade, o que pode dar origem a erros nos valores comparativos de intensidades. No entanto na medida realizada na figura 17(2) permite afirmar que dentro de 15%, o que deixou de ser contado no detector diodo PIN foi contado no detector cintilador, ou seja, foi difratado.

O efeito de diminuição de contagem, comprovado neste trabalho, é fundamentalmente o mesmo apresentado em outros três trabalhos na literatura [1],[2],[3], que utilizam o modo corrente sem tensão de polarização externa aplicada. Neste trabalho os perfis encontrados não apresentaram assimetria significativa. Logo acredita-se, pela explicação dada em [3], que a forma dos perfis obtidos se assemelha ao inverso do perfil de refletividade. Em outros casos específicos, em que o comprimento de difusão é menor que o comprimento de extinção, a forma deste perfil pode ser semelhante ao de fluorescência ou do inverso do fator de extinção.

Quando se utilizou o arranjo 5 Cristais (+,-,+,+) observa-se um pequeno deslocamento entre o mínimo do perfil obtido no DP, e o máximo obtido no detector cintilador. Isso não foi observado em outras medidas e não encontrou-se alguma razão para explicar esse fator.

Foi dada uma nova aplicação ao efeito de diminuição de contagem que é a autodeteção da retrodifração. Os perfis de diminuição de contagem do DP na condição de retrodifração dos Planos Si(333), utilizando Bremstrahlung, apresentaram contrastes em torno de 20%. Partindo do princípio que as larguras à meia altura dos PDC's do detector diodo PIN são as mesmas dos PD's, nota-se que a largura destes são maiores do que as obtidas pela teoria dinâmica. Isso se deve basicamente à dois motivos. O primeiro é que a banda espectral do feixe incidente sobre o DP é grande ($\Delta\lambda=1,6.10^{-5}$ nm) quando comparado com a resolução em energia do cristal detector na condição de retrodifração ($\Delta\lambda$ estimado de $2,6.10^{-6}$ nm). Outro fato que contribui para o alargamento do perfil, em ângulos levemente diferente de $\pi/2$, é o alto valor de $\Delta d/d$.

Como conclusão final, foi comprovado o efeito de diminuição da taxa de contagem do detector Diodo PIN na condição de difração. Isso significa que deve-se ter um pouco de cuidado ao se utilizar detectores monocristalinos para Raios x, pois, os mesmos podem estar

em condição de difração de algum de seus planos cristalinos quando utilizados em detecção. Este efeito, de diminuição de contagem, foi aplicado em retrodifração. Com isso introduziu-se um novo método de detecção de difração em ângulos próximos e exatamente à $\pi/2$.

Algumas sugestões à futuros trabalhos:

1. Desenvolver um programa teórico considerando a cromaticidade do feixe de entrada e variação $\Delta d/d$ do cristal, com objetivo de simular os perfis de difração e também de diminuição de contagem obtidos.
2. Verificar o pequeno deslocamento existente entre o mínimo do perfil de diminuição de contagem e o máximo de difração quando utilizando o arranjo (+,-,-,+,+). Caso seja confirmado descobrir a razão.
3. Verificação do mesmo efeito em outros detectores de estado sólido como cintiladores de iodeto de sódio. Uma caracterização prévia já foi realizada identificando o plano de orientação que no caso do detector comercial BICRON é a (100).
4. Verificar a diminuição de contagem na condição de reflexão total utilizando um detector diodo PIN, nesse caso seria preciso uma área grande do detector.
5. Estudar a possibilidade de utilização de um detector semicondutor para o estudo de retrodifração em filmes finos.
6. Tentar construir um detector diodo PIN, de área efetiva maior e menos tensionado de modo a fazer medidas e comparações mais quantitativas.
7. Estudar a viabilidade das medidas de retrodifração no arranjo não dispersivo, sendo o tamanho do detector o fator limitante.
8. Estudar o efeito de diminuição de contagem em um detector, monocristalino, difratando em caso Laue.

APÊNDICE A

ALGUNS PARÂMETROS E DESENVOLVIMENTOS DA TEORIA DINÂMICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

O uso da Teoria Dinâmica de Difração de Raios x se justifica neste trabalho por estar se trabalhando, primeiramente, com monocromadores Si(FZ) livres de discordâncias, enquanto que o detector diodo PIN (DP), também de Si, embora sujeito à tensões, apresenta perfis de difração da ordem de alguns segundos de arco, indicando que deve ser considerada a interação dinâmica entre os feixes difratados no interior do cristal.

Neste apêndice são mostradas alguns parâmetros importantes para o desenvolvimento das expressões que descrevem as curvas de refletividade e do fator de extinção para difração simétrica em caso Bragg para um cristal centro-simétrico e semi infinito.

A.1 Parâmetros γ_0 e γ_h

$$\gamma_0 = \cos \psi_0 \quad , \quad \gamma_h = \cos \psi_h \quad (A1)$$

As variáveis ψ_0 e ψ_h representam o ângulo formado pela normal à superfície com os feixes incidente e difratado respectivamente. Para o caso Bragg simétrico, que é tratado no presente trabalho, $\psi_0 = \pi/2 - \theta_0$ e $\psi_h = \pi/2 + \theta_0$, logo $|\gamma_0| = |\gamma_h|$. θ_0 é o ângulo onde ocorre difração.

A.2 Relação entre y e a variável angular η

Uma variável angular freqüentemente utilizada é η (ou $\Delta\theta = \theta_0 - \theta$), que representa um incremento em ψ_0 (ou θ_0). Para simplificar um pouco as expressões finais, serão definidas aqui duas variáveis angulares (α e β) dadas por:

$$\alpha = \left| \frac{k}{K} \right| \eta \sin(2\theta) = \left(1 - \frac{|\chi_0|}{2} \right) \eta \sin(2\theta) \quad (A2)$$

$$\beta = 2\alpha - \chi_0 \left(1 + \frac{|\gamma_h|}{\gamma_0} \right) = 2(\alpha - \chi_0) \quad (A3)$$

Onde θ é o ângulo de Bragg, dessa forma tem-se para a variável y :

$$y = \frac{\beta}{2C|\chi_h|} = \frac{2(\alpha - \chi_0)}{2C|\chi_h|} = \frac{-\chi_0 + \frac{k}{K} \eta \sin(2\theta)}{C|\chi_h|} = \frac{-\chi_0 + \left(1 - \frac{|\chi_0|}{2} \right) \eta \sin(2\theta)}{C|\chi_h|}$$

$$\Rightarrow y = \frac{\chi_0(q-1) - \alpha q}{2C|q|^{\frac{1}{2}}|\chi_h|} \quad (A4)$$

Onde $q = \gamma_0/\gamma_h$. Com (A4) é possível obter o fator de extinção em termos da variável angular η , que é a variável angular medida no laboratório.

A.3 Desenvolvimento e Parâmetros do Fator de Extinção

A partir do desenvolvimento da equação fundamental da TD encontrada em [10], pode-se encontrar os vetores de onda no interior do meio monocristalino. O fator de extinção, proporcional a parte imaginária do vetor de onda é dado por:

$$\sigma_e = 4\pi \left\{ -\frac{K\chi_{0i}}{2\gamma_0} - \frac{K}{4|\gamma_h|} [\beta_i \pm W_i] \right\} \quad (A5)$$

Onde β_i é a parte imaginária da variável β e, W_i a parte imaginária de uma nova variável W . β_i e W são dadas por:

$$\beta_i = 2|\chi_{0i}| \quad (A6)$$

$$W = \sqrt{\beta^2 - 4C^2\chi_h^2} \quad (A7)$$

Inserindo valores para a e b afim de separar a parte real e imaginária da raiz em W ,

tem-se:

$$a = \beta_r^2 - \beta_i^2 - 4C^2\phi_h \quad (\text{A8})$$

$$b = 2\beta_r\beta_i - 4C^2\Psi_h \quad (\text{A9})$$

Onde:

$$\phi_h = |\chi_{hr}|^2 - |\chi_{hi}|^2 \quad (\text{A10})$$

$$\Psi_h = 2|\chi_{hr}||\chi_{hi}| \quad (\text{A11})$$

É necessário lembrar que:

$$\varepsilon \approx 1 + \chi \quad (\text{A12})$$

Pode-se deixar a e b em termos de y_r (parte real de y, nos livros chamado de $y = -y_z$)

tal que:

$$a(y) = y_r^2 - g^2 - 1 \quad (\text{A13})$$

$$b(y) = -2y_r g - \frac{\Psi_h}{\phi_h} \quad (\text{A14})$$

$$g = -\frac{\beta_i}{l} \quad (\text{A15})$$

$$l = 2C\sqrt{\phi_h} = \frac{\beta_r}{y_r} \quad (\text{A16})$$

Ainda para W separando em parte real e imaginária:

$$W_r(y) = \frac{W_r}{l} \quad ; \quad W_i(y) = \frac{W_i}{l} \quad (\text{A17})$$

Dessa forma, aproximando os valores de W_r e W_i em termos de y_r :

$$W_r(y) = l\sqrt{(y_r^2 - 1)} \quad (\text{A18})$$

$$W_i(y) = \frac{\beta_r \beta_i - 2C^2 \left(\frac{|\gamma_h|}{\gamma_0} \right) \Psi_h}{\left[\beta_r^2 - 4C^2 \left(\frac{|\gamma_h|}{\gamma_0} \right) \phi_h \right]^{\frac{1}{2}}} = \frac{\mu |\gamma_h|}{2\pi K \sqrt{y_r^2 - 1}} \left[\frac{2y_r}{\gamma_0} - \frac{2\varepsilon}{|\gamma_0|} \right] \quad (A19)$$

Dividindo a região de difração em três partes, $y < 1$, $-1 < y < 1$ e $y > 1$, o valor de σ_e nas regiões I e III (adjacentes a região de máximo de difração) será:

$$\sigma_e^{I,III} = C \left| \frac{\chi_{hr}}{\chi_{hi}} \right| \sqrt{\frac{1}{2} \left(\sqrt{a^2(y) + b^2(y)} - a^2(y) \right)} = \frac{\mu}{\gamma_0} \left[\frac{y_r - \varepsilon}{\sqrt{y_r^2 - 1}} \right] \quad (A20)$$

E para a região II teremos:

$$\sigma_e^{II} = \mu \left[\frac{C |\chi_{hr}|}{|\chi_{oi}| \gamma_0} \left(\frac{1}{2} \left(\sqrt{a^2(y) + b^2(y)} + a(y) \right) \right)^{\frac{1}{2}} \right] \quad (A21)$$

Que na forma aproximada ($b \ll a$), ou seja a parte imaginária de W é pequena perto da parte real a fica:

$$\sigma_e^{II} = \mu \left[\frac{C |\chi_{hr}|}{|\chi_{oi}| \gamma_0} \sqrt{1 - y_r^2} \left(1 + \frac{b^2}{8(1 - y_r^2)} \right) \right] \quad (A22)$$

Falta entretanto o valor do coeficiente de extinção para $y_r = \pm 1$, que por [10] é dado por:

$$\sigma^{\pm 1} = \frac{\mu}{\gamma_0} \sqrt{C \frac{|\chi_{hr}|}{|\chi_{oi}|}} (1 \mp \varepsilon) \quad (A23)$$

Estas últimas quatro equações são utilizadas para obtenção dos perfis do fator de extinção, por um programa realizado em linguagem PASCAL (Apêndice C).

A.4 Expressões úteis para o caso de difração em ângulos próximos e exatamente à $\pi/2$

A partir de (2.10) pode-se chegar à dependência do ângulo de incidência (θ_0) com $y = -y_z$ dado para o caso Bragg simétrico por:

$$\text{sen}(\theta_0) = \frac{\lambda}{2d} + \frac{d}{\lambda} C|\chi_h|y_z - \frac{\chi_{0r}d}{\lambda} \quad (\text{A24})$$

Então voltando em $\eta = \Delta\theta = \theta_0 - \theta$, (2.21) torna-se:

$$\Delta\theta = \theta_0 - \theta = \frac{1}{\text{sen}(2\theta)} (C|\chi_h|y_z - \chi_{0r}) \quad (\text{A25})$$

Para obter a expressão para θ_0 em torno de $\pi/2$, basta utilizar da seguinte relação em (A24):

$$\text{sen} \theta_0 = \cos(\delta\theta_0) \approx 1 - \frac{\delta\theta_0^2}{2} \quad (\text{A26})$$

Assim:

$$\delta\theta_0^2 = 2 \left(1 - \frac{\lambda}{2d} \right) + \frac{2d}{\lambda} (-C|\chi_h|y_z + \chi_{0r}) \quad (\text{A27})$$

Ou de outra forma:

$$\frac{\pi}{2} - \theta_0 = \delta\theta_0 = \pm \sqrt{-2\Sigma + \frac{2d}{\lambda} (-C|\chi_h|y_z + \chi_{0r})} \quad (\text{A28})$$

Para o caso em que $2d/\lambda=1$, (A28) toma a forma:

$$\delta\theta_0 = \pm \sqrt{-C|\chi_h|y_z + \chi_{0r} - 2\Sigma} \quad , \quad \Sigma = \frac{\lambda}{2d} - 1 \quad (\text{A29})$$

O duplo sinal (\pm) significa que existem duas direções no mesmo plano de incidência que satisfazem a condição de difração uma correspondendo à “ $\pi/2 - \theta_0$ ” e outra correspondendo à “ $\pi/2 + \theta_0$ ”[14].

A.5 Expressão Geral para o parâmetro y

Definindo $\delta\theta_0 = \pi/2 - \theta_0$, para caso Bragg, tem-se:

$$y = -\frac{1}{2|q|^{\frac{1}{2}} C|\chi_h|} \left[q \frac{\lambda^2}{d^2} - \frac{2\lambda q \sin(\theta_0)}{d} + \chi_0(1-q) \right] \quad (A30)$$

Com α e q dados por:

$$\alpha = \frac{\lambda}{d} \left[-2\sin\theta_0 + \frac{\lambda}{d} \right] \quad ; \quad q = \frac{\sin(\theta_0 + \alpha)}{\sin(\theta_0 + \alpha) - \frac{\lambda}{d} \cos(\alpha)} \quad (A31)$$

A mudança das expressões para o caso de difração convencional para o caso de difração em ângulos próximos e exatamente à $\pi/2$ não se dá de maneira abrupta. Existe uma expressão geral para o parâmetro y que vale para os dois casos. Esta expressão é a equação (A30)[12].

A.6 Largura dos Perfis de Difração (ou curvas de refletividade) para ângulos próximos à $\pi/2$

Define-se a largura do perfil de difração para o caso de difração de Raios x em ângulos próximos à $\pi/2$ em três diferentes casos:

Caso I $\Rightarrow \chi_{0r} - 2\Sigma > |\chi_h| \Rightarrow$ Existem duas regiões de refletividade total.

$$\Delta\eta_I = (\chi_{0r} - 2\Sigma + |\chi_h|)^{\frac{1}{2}} - (\chi_{0r} - 2\Sigma - |\chi_h|)^{\frac{1}{2}} \quad (A32)$$

Caso II $\Rightarrow -|\chi_h| < \chi_{0r} - 2\Sigma < |\chi_h| \Rightarrow$ Existe somente uma região de refletividade total.

$$\Delta\eta_{II} = 2(\chi_{0r} - 2\Sigma + |\chi_h|)^{\frac{1}{2}} \quad (A33)$$

Caso III $\Rightarrow \chi_{0r} - 2\Sigma < -|\chi_h| \Rightarrow$ Não existe região de refletividade total, entretanto

ainda existe alguma intensidade difratada.

A.7 Lei de Bragg para $\theta_0 \approx \pi/2$

Para o caso em que $\theta_0 \approx \pi/2$, a aproximação $\sin\theta_0 \approx 1 - \delta\theta_0^2/2$ é válida logo a expressão geral da Lei de Bragg dada por 2.10, torna-se:

$$\lambda = d \left[-\delta\theta_0^2 + 2 + \chi_{0r} - \gamma_z C |\chi_h| \right] \quad (A34)$$

APÊNDICE B

MONOCROMADOR QUATRO CRISTAIS (4C)

Alta resolução em difração de Raios x tem se tornado uma importante ferramenta na óptica de Raios x. Entende-se por alta resolução a metodologia de se obter um feixe de alta coerência ou, obter uma onda muito próximo de plana e monocromática. Pode-se obter um feixe altamente coerente tornando a fonte o mais pontual possível, o que não é muito trivial. Uma das maneiras de se obter uma onda próxima de plana e monocromática é a de se utilizar arranjos múltiplos de cristais para eliminar a influência da dispersão [26].

Um dos arranjos mais interessantes de se colocar os cristais, primeiramente sugerido por Dumond [25] é o de quatro cristais (4C), como mostrado na fig.B1. A maneira atual de montar esse arranjo é utilizar dois cristais sulcados, sendo que cada sulcado é um monobloco cristalino, dessa forma variações termo-mecânicas são minimizadas e, cada sulcado pode ser tratado como um único cristal. Como citado por Dumond [25], o arranjo 4C é simplesmente um espectrômetro duplo cristal.

Utilizado também por Bartels [34], o arranjo 4C, pode ser usado para medir perfis de difração de qualquer plano e cristal com alta resolução angular como afirmado por S.E.G. Slusky e A.T.Macrander [35] que utilizaram o dispositivo para medir perfis de difração do InP utilizando um 4C de Ge(440).

A geometria apresentada por este dispositivo (arranjo dispersivo) possibilita a exploração do espectro de energia. Isso pode ser visto na fig.B2 em termos do diagrama de Dumond [25]. O diagrama mostrado aqui é para um 4C Si(220), um dos monocromadores 4C utilizado no experimento proposto neste trabalho. Se o arranjo fosse não dispersivo os dois perfis iriam ser paralelos, de forma que a resolução em energia seria inexistente.

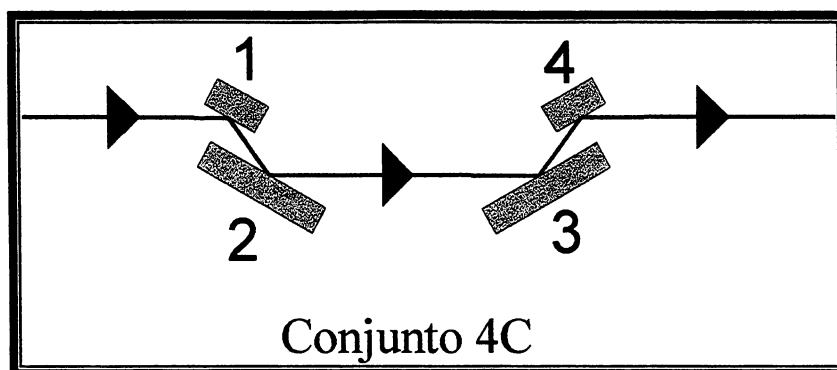


Fig.B1: Diagrama esquemático do arranjo 4C, (+,-,-,+) conforme nomenclatura de Dumond [25].

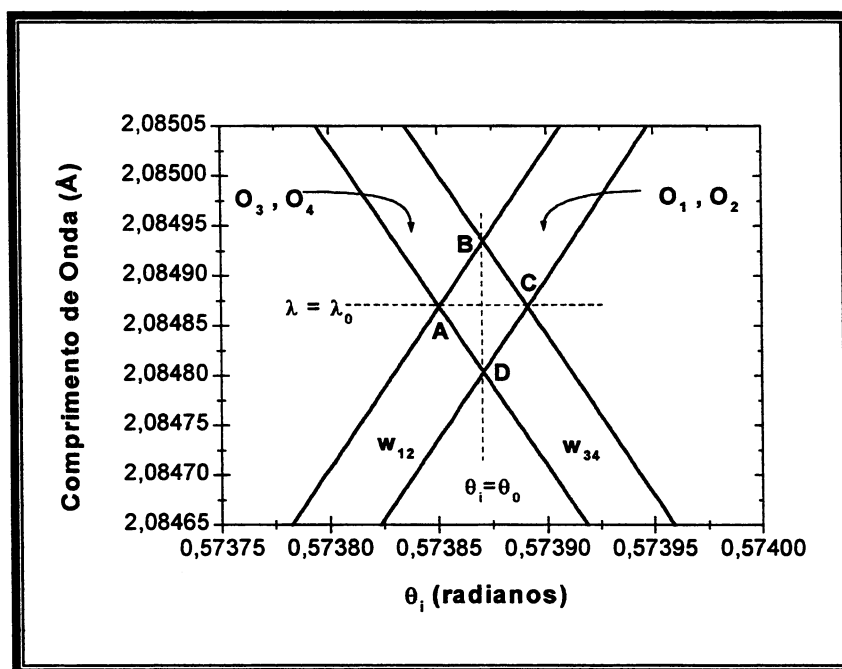


Fig.B2: Diagrama de Dumond para $\text{CrK}\beta$, 4C Si220 .

Vale lembrar que o grande ganho em resolução espectral e angular do dispositivo 4C (também chamado monocromador 4C) é balanceado por uma perda significativa da intensidade. Quanto menor o tamanho do quadrilátero no diagrama de Dumond, maior a perda de intensidade. Esta figura, em forma de losango, representa o feixe de Raios x resultante após o dispositivo. Uma estimativa, apresentada por Dumond [25], é que para cada cristal (n) colocado no arranjo, com o intuito de aumentar a resolução espectral, existe uma perda na intensidade por um fator de aproximadamente n^2 . A vantagem de se empregar o monocromador 4C para se obter perfis de difração de um quinto cristal (amostra), como

utilizado por S.E.G. Slusky e A.T. Macrander (1987) [35] e depois, por M.O. Möller(1994)[26] é que, dependendo da reflexão e do cristal utilizado no monocromador 4C, o feixe que sai deste dispositivo é muito próximo de uma onda plana monocromática. Então o perfil de difração do quinto cristal (amostra a ser analisada), pode em muitos casos ser muito semelhante ao previsto pela teoria dinâmica de difração de Raios x. Ao contrário, o sistema não dispersivo, (+,-), pela nomenclatura de Dumond [25], resulta na correlação de duas curvas intrínsecas do primeiro e do segundo cristal.

Então o feixe que sai do 4C é "quase" plano monocromático, o que sugere um fator instrumental desse dispositivo. Os modelos teóricos sugerem uma convolução ou correlação do perfil instrumental com o perfil de difração da amostra a ser analisada (5° cristal). Basicamente existem dois modelos: um geométrico, seguindo o diagrama de Dumond, considerando as larguras dos perfis de difração previstos pela teoria dinâmica de difração de Raios x, e outro analítico. Neste último incluem-se dois trabalhos o de S.E.G. Slusky e A.T. Macrander [35], onde demonstra-se que, as expressões para a intensidade final detectada depois do 5° cristal, pelo método geométrico e, analítico são as mesmas. O outro trabalho é o de M.O. Möller[26] que faz o tratamento analítico um pouco mais rigoroso chegando a bons resultados quando comparados seus perfis calculados com os obtidos experimentalmente, ao utilizar dispositivos 4C Ge(220) e 4C Ge(440), analisados por cristais Si(111), Si(333) e Si(444).

Será apresentado aqui o método geométrico, que funciona bem dentro de uma grande aproximação.

As duas maneiras possíveis de se arranjar os 4C com o quinto cristal, são pela nomenclatura de Dumond[25] os arranjos (+,-,+,+) e (+,-,-,+) (fig. B3a e B3b). Deve-se notar que o método geométrico ignora os efeitos da divergência vertical do feixe. Na fig B2,

temos a representação do diagrama de 4C com quatro feixes O_1 , O_2 , O_3 , O_4 , representando as regiões de difração dos pares (1,2) e (3,4) da fig. B1. As curvas O_1 e O_2 assim como O_3 e O_4 ficam umas sobre as outras, já que (1,2) e (3,4) tem posições idênticas. As curvas O_1 e O_2 seguem a equação (3.3) para $y_z = 0$ e para $\theta_0 = \theta_i$. As curvas O_3 e O_4 são refletidas em torno do eixo λ e deslocadas por duas vezes o ângulo de difração (θ_0), seguindo a dependência $\lambda = -2.d.\sin(\theta_i - 2\theta_0).(1 + \chi_{0r}/2)$.

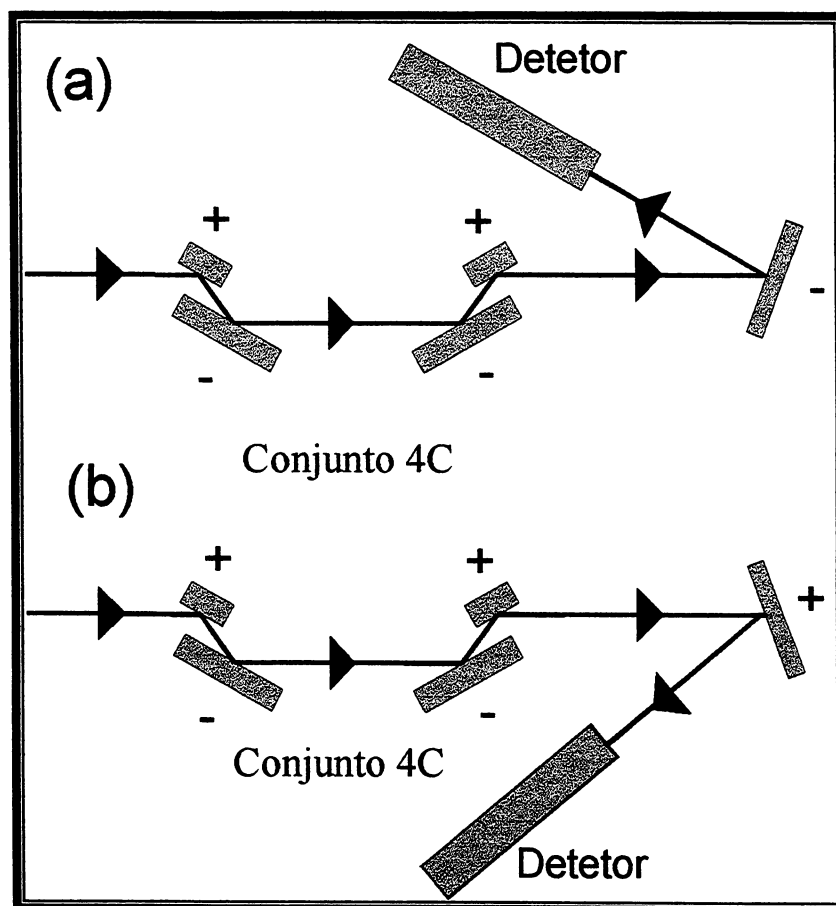


Fig. B3: Diagrama esquemático do arranjo 4C mais o quinto cristal: (a) Arranjo (+,-,-,+, -), (b) Arranjo (+,-,-,+, +).

Na fig. B2, mostram-se as larguras das curvas (w_{12} e w_{34}), correspondendo à largura angular dos perfis de difração calculados pela teoria dinâmica de difração de Raios x. As larguras foram colocadas utilizando os valores calculados para largura à meia altura do perfil de difração. Estas podem também ser obtidas utilizando a equação (2.10) para $y_z = -1$ e para

$y_z=1$. Dessa maneira tem-se duas curvas deslocadas por um pequeno intervalo angular. Este intervalo é a largura (w_{12} e w_{34}) que aparece no diagrama de Dumond[25].

A distribuição angular e espectral do feixe depois das primeiras quatro reflexões é resultante de quatro perfis de difração.

Define-se $g(y)$ como o perfil intrínseco de difração (a curva de refletividade dada no capítulo 2), onde o valor máximo ocorre em algum intervalo entre $y=\pm 1$ e cai a zero para valores maiores do $|y|$. Então o perfil de intensidade das regiões O_1 e O_2 através da linha AC (angular), mostrada na fig. B2, pode ser dado por $g(\theta_i - \theta_0)$, que é o perfil de intensidade para um determinado λ_0 .

O perfil de intensidade considerando a parte espectral do feixe, através de BD, é dado, para O_1 e O_2 , conforme encontrado em [35] por:

$$g[\theta_i - \theta_0 - (\lambda - \lambda_0)(\frac{1}{2.d.\cos\theta_0})] \quad (B1)$$

Este é o perfil encontrado para um determinado comprimento de onda λ , próximo de λ_0 (que é o comprimento de onda correspondente ao da linha AC), entretanto dentro da figura geométrica em forma de losango (fig.B2).

Para O_3 e O_4 , apenas inverte-se na equação (B1) $(\theta_i - \theta_0)$ por $(\theta_0 - \theta_i)$.

Considerando agora, um quinto cristal, supondo diferente dos outros quatro do monocromador, na fig.B4, mostra-se o diagrama de Dumond para o caso de cinco cristais. Utiliza-se o 4C Si(220) com um quinto cristal Si(333), um dos arranjos, utilizados no presente trabalho.

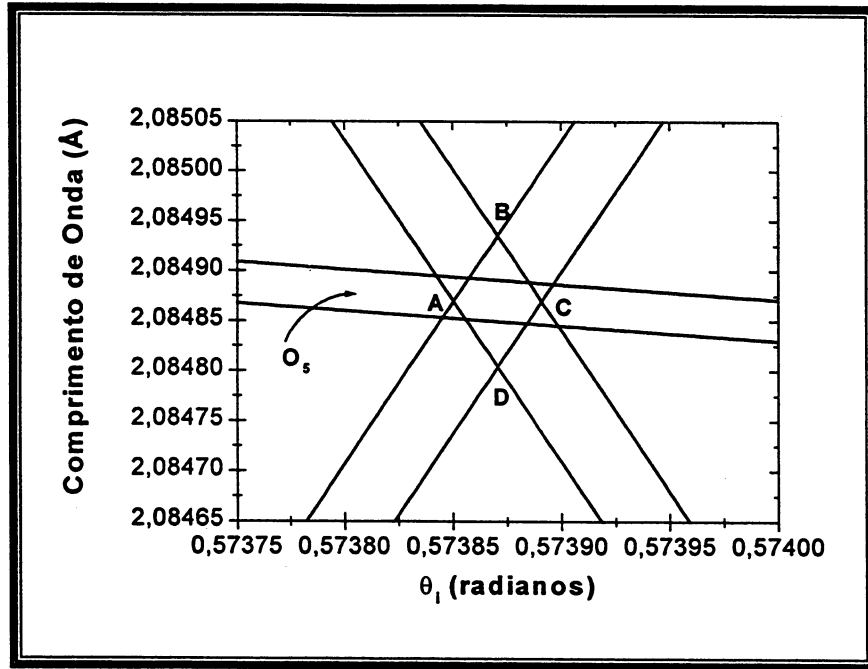


Fig.B4: Diagrama de Dumond para o arranjo 5C, CrKβ , 4C Si220 com 5°C Si333, esquema (+,-,+,+,-).

A curva O₅ segue a equação (2.10) para $y_z = 0$ e $\theta_0 = \theta_i$, dada por $\lambda = 2.d_5.\text{sen}(\theta_i - \iota)(1 + \chi_{0r}/2)$ ou $\lambda = 2.d_5.\text{sen}(-\theta_i + \iota)(1 + \chi_{0r}/2)$, dependendo qual arranjo utilizado (como mostrado na fig. B3). ι é o ângulo entre os planos de difração do 1° e do 5° cristal. ι muda quando a amostra é girada ou seja dentro do perfil de difração.

O máximo das primeiras reflexões coincidirá com o máximo da 5ª reflexão para λ_0 , quando $\iota = \theta_0 - \theta_5$ para (+,-,+,+,+) e $\iota = \theta_0 + \theta_5$, para (+,-,+,+,-). Análogo à $g(y)$ definimos $h(y)$, o perfil de intensidade associado com a quinta reflexão. Este perfil, correspondente à região O₅ (fig.B4). Ao longo de uma linha de comprimento de onda constante λ próximo à λ_0 o perfil é dado por:

$$h[\theta_i - \theta_5 - \iota - (\lambda - \lambda_0)(\frac{1}{2.d.\cos\theta_5})] \quad (B2)$$

A distribuição angular e espectral depois de todas as 5 reflexões é o produto dos cinco perfis de intensidade, sendo na verdade uma integral envolvendo operações de convolução e correlação entre os cinco perfis.

APÊNDICE C

PROGRAMA DESENVOLVIDO EM LINGUAGEM PASCAL PARA OBTENÇÃO DOS PERFIS TEÓRICOS DO FATOR DE EXTINÇÃO E DA REFLETIVIDADE

```

PROGRAM  TEORIA_DINAMICA;

USES CRT;

VAR

G,S,K:                                     STRING[20];
X,Y:                                       ARRAY [1..500] OF REAL;
FIM:                                       BOOLEAN;
OPCAO,E:                                  INTEGER;

PROCEDURE CALCULA(VAR X,Y:ARRAY OF REAL; E:INTEGER); {CALCULO DA CURVA DE
DARWIN}

VAR
J:      INTEGER;
A,B,C,D: REAL;
ARQ:    TEXT;
K:      STRING[20];

BEGIN
    WRITELN('ENTRE COM O MENOR VALOR DE Y');
    READLN(C);
    WRITELN('ENTRE COM O MAIOR VALOR DE Y');
    READLN(D);
    WRITELN('ENTRE COM O NÉMERO DE PONTOS');
    READLN(E);

    CLRSCR;
    FOR J:=0 TO E DO
        BEGIN
            Y[J] := D - ((D-C)/E)*J;

            IF Y[J]>1 THEN
                BEGIN
                    X[J] := SQR(ABS(Y[J]-SQRT(SQR(Y[J])-1)));
                END

            ELSE
                BEGIN
                    IF Y[J]<=1 THEN
                        BEGIN
                            IF Y[J]>=-1 THEN

```

```

        BEGIN
        X[J]:=1;
        END

        ELSE
        BEGIN
        X[J]:=SQR(ABS(Y[J]+SQRT(SQR(Y[J])-1)));
        END;

    END;
END;

END;
FOR J:=0 TO E DO
WRITELN(X[J]:5:3,' ',Y[J]:5:3);

WRITELN('ENTRE COM O NOME DO ARQUIVO QUE DESEJA SALVAR');
READLN(K);
ASSIGN (ARQ,K);
REWRITE(ARQ);
FOR J:=0 TO E DO
BEGIN
WRITELN(ARQ,X[J]:5:3,' ',Y[J]:5:3);
END;
CLOSE(ARQ);

REPEAT UNTIL KEYPRESSED;
END;

PROCEDURE CALCULA2(VAR X,Y:ARRAY OF REAL; E:INTEGER); {CALCULO DO FATOR DE
EXTINCAO}

VAR
J:                INTEGER;
A,B,C,D,F,G,P,T:  REAL;
ARQ:              TEXT;
K:                STRING[20];
M:                CHAR;

BEGIN
    WRITELN('ENTRE COM A POLARIZA AO (S OU P)');
    READLN(M);
    WRITELN('ENTRE COM CHIr');
    READLN(A);
    WRITELN('ENTRE COM CHIi');
    READLN(B);
    WRITELN('ENTRE COM CHI0r');
    READLN(F);
    WRITELN('ENTRE COM CHI0i');
    READLN(G);
    WRITELN('ENTRE COM O MENOR VALOR DE Y');
    READLN(C);
    WRITELN('ENTRE COM O MAIOR VALOR DE Y');
    READLN(D);
    WRITELN('ENTRE COM O NÚMERO DE PONTOS');
    READLN(E);
CLRSCR;

```

```

P:=1;
T:=SQR(A)-SQR(B);
FOR J:=0 TO E DO
  BEGIN
    Y[J]:=D-((D-C)/E)*J;

    IF Y[J]>1 THEN
      BEGIN
        X[J]:=ABS((Y[J]-1-F)/SQRT(SQR(Y[J])-1));
      END
    ELSE
      BEGIN
        IF Y[J]<=1 THEN
          BEGIN
            IF Y[J]>=-1 THEN
              BEGIN
                X[J]:=P*ABS(A/G)*SQRT(1-
SQR(Y[J]))*(1+SQR((2*Y[J]*ABS(G)/SQRT(T))+2*A*B/(T))/(8*(1-SQR(Y[J]))));
              END
            ELSE
              BEGIN
                X[J]:=ABS((Y[J]-1-F)/SQRT(SQR(Y[J])-1));
              END;
            END;
          END;
        END;
      END;
    END;
  END;
FOR J:=0 TO E DO
  WRITELN(X[J]:7:5,' ',Y[J]:7:5);

  WRITELN('ENTRE COM O NOME DO ARQUIVO QUE DESEJA SALVAR');
  READLN(K);
  ASSIGN (ARQ,K);
  REWRITE(ARQ);
  FOR J:=0 TO E DO
    BEGIN
      WRITELN(ARQ,X[J]:7:5,' ',Y[J]:7:5);
    END;
  CLOSE(ARQ);

  REPEAT UNTIL KEYPRESSED;
  END;

PROCEDURE CALCULA3(VAR X,Y:ARRAY OF REAL; E:INTEGER); {CALCULO DA
REFLETIVIDADE NA ESCALA Y}

VAR
  J: INTEGER;
  A,B,C,D,F,G,P,T,Z,Q,H,L: REAL;
  ARQ: TEXT;
  K: STRING[20];
  M: CHAR;

BEGIN

```

```

        WRITELN('ENTRE COM A POLARIZA AO (S OU P)');
        READLN(M);
        WRITELN('ENTRE COM CHIHr');
        READLN(A);
        WRITELN('ENTRE COM CHIHl');
        READLN(B);
        WRITELN('ENTRE COM CHIOr');
        READLN(F);
        WRITELN('ENTRE COM CHIOl');
        READLN(G);
        WRITELN('ENTRE COM O MENOR VALOR DE Y');
        READLN(C);
        WRITELN('ENTRE COM O MAIOR VALOR DE Y');
        READLN(D);
        WRITELN('ENTRE COM O NÚMERO DE PONTOS');
        READLN(E);

    CLRSCR;
    P:=1;
    T:=ABS(B)/ABS(A);
    Z:=-G/(P*ABS(A));
    FOR J:=0 TO E DO
        BEGIN
            Y[J] := D - ((D-C)/E)*J;
            Q:= SQR(SQR(Y[J]) - SQR(Z) - 1 + SQR(T));
            H:= 4*SQR(Y[J]*Z-T);
            L:= (SQR(Q+H) + SQR(Y[J]) + SQR(Z)) / (1 + SQR(T));
            X[J] := L - SQR(SQR(L) - 1);
        END;

    FOR J:=0 TO E DO
        WRITELN(X[J]:5:3, ' ', Y[J]:5:3);

    WRITELN('ENTRE COM O NOME DO ARQUIVO QUE DESEJA SALVAR');
    READLN(K);
    ASSIGN (ARQ, K);
    REWRITE(ARQ);
    FOR J:=0 TO E DO
        BEGIN
            WRITELN(ARQ, X[J]:5:3, ' ', Y[J]:5:3);
        END;
    CLOSE(ARQ);

    REPEAT UNTIL KEYPRESSED;
    END;

PROCEDURE CALCULA4 (VAR X,Y:ARRAY OF REAL; E:INTEGER); {CALCULO DA
REFLETIVIDADE NA ESCALA THETA}

VAR
    J,I,N,S: INTEGER;
    A,B,C,D,F,G,H,O,P,Q,R,T,Z,L,V,W: REAL;
    ARQ: TEXT;
    K: STRING[20];
    M: CHAR;
BEGIN
    WRITELN('ENTRE COM A POLARIZA AO (S OU P)');
    READLN(M);

```

```

        WRITELN('ENTRE COM O COMPRIMENTO DE ONDA');
        READLN(W);
        WRITELN('ENTRE COM H');
        READLN(I);
        WRITELN('ENTRE COM K');
        READLN(N);
        WRITELN('ENTRE COM L');
        READLN(S);
        WRITELN('ENTRE COM CHIr');
        READLN(A);
        WRITELN('ENTRE COM CHIi');
        READLN(B);
        WRITELN('ENTRE COM CHI0r');
        READLN(F);
        WRITELN('ENTRE COM CHI0i');
        READLN(G);
        WRITELN('ENTRE COM O MENOR VALOR DE Y');
        READLN(C);
        WRITELN('ENTRE COM O MAIOR VALOR DE Y');
        READLN(D);
        WRITELN('ENTRE COM O NÚMERO DE PONTOS');
        READLN(E);
    CLRSCR;
    P:=1;
    V:=5.43072/(SQRT(SQR(I)+SQR(N)+SQR(S)));
    T:=ABS(B)/ABS(A);
    Z:=-G/(P*ABS(A));
    R:=W/(2*V);
    FOR J:=0 TO E DO
        BEGIN
            O:= D-((D-C)/E)*J;
            Q:= SQR(SQR(O)-SQR(Z)-1+SQR(T));
            H:= 4*SQR(O*Z-T);
            L:= (SQRT(Q+H)+SQR(O)+SQR(Z))/(1+SQR(T));
            Y[J]:=(180/3.14159)*(-P*ABS(A)*O-F)/((1+F/2)*2*R*SQR(1-SQR(R)));
            X[J]:= L-SQR(SQR(L)-1);
        END;

    FOR J:=0 TO E DO

        WRITELN(Y[J]:7:5,' ',X[J]:7:5);

        WRITELN('ENTRE COM O NOME DO ARQUIVO QUE DESEJA SALVAR');
        READLN(K);
        ASSIGN (ARQ,K);
        REWRITE(ARQ);
        FOR J:=0 TO E DO
            BEGIN
                WRITELN(ARQ,Y[J]:7:5,' ',X[J]:7:5);
            END;
        CLOSE(ARQ);

    REPEAT UNTIL KEYPRESSED;
    END;

PROCEDURE CALCULA5 (VAR X,Y:ARRAY OF REAL; E:INTEGER); {CALCULOS DO PERFIL
DE RETRODIFRACAO}

```



```

VAR
J,I,N,S:                INTEGER;
A,B,C,D,F,G,H,O,P,Q,R,T,Z,L,V,W: REAL;
ARQ:                    TEXT;
K:                        STRING[20];
M:                        CHAR;
BEGIN
    WRITELN('ENTRE COM A POLARIZA AO (S OU P)');
    READLN(M);
    WRITELN('ENTRE COM O COMPRIMENTO DE ONDA');
    READLN(W);
    WRITELN('ENTRE COM H');
    READLN(I);
    WRITELN('ENTRE COM K');
    READLN(N);
    WRITELN('ENTRE COM L');
    READLN(S);
    WRITELN('ENTRE COM CHIHr');
    READLN(A);
    WRITELN('ENTRE COM CHIHl');
    READLN(B);
    WRITELN('ENTRE COM CHIOr');
    READLN(F);
    WRITELN('ENTRE COM CHIOi');
    READLN(G);
    WRITELN('ENTRE COM O MENOR VALOR DE Y');
    READLN(C);
    WRITELN('ENTRE COM O MAIOR VALOR DE Y');
    READLN(D);
    WRITELN('ENTRE COM O N MERO DE PONTOS');
    READLN(E);

    CLRSCR;
    P:=1;
    V:=5.43072/(SQRT(SQR(I)+SQR(N)+SQR(S)));
    T:=ABS(B)/ABS(A);
    Z:=-G/(P*ABS(A));
    R:=W/(2*V);
    FOR J:=0 TO E DO
        BEGIN
            O:= D-((D-C)/E)*J;
            Q:= SQR(SQR(O)-SQR(Z)-1+SQR(T));
            H:= 4*SQR(O*Z-T);
            L:= (SQRT(Q+H)+SQR(O)+SQR(Z))/(1+SQR(T));
            Y[J]:=90-(180/3.14159)*SQRT(-2*(R-
1)+(1/R)*(P*SQR(SQR(A)+SQR(B))*O+F));
            X[J]:= L-SQRT(SQR(L)-1);
        END;

    FOR J:=0 TO E DO

        WRITELN(Y[J]:7:5,' ',X[J]:7:5);

    WRITELN('ENTRE COM O NOME DO ARQUIVO QUE DESEJA SALVAR');
    READLN(K);
    ASSIGN (ARQ,K);
    REWRITE(ARQ);
    FOR J:=0 TO E DO
        BEGIN

```

```

WRITELN (ARQ,Y[J]:7:5,' ',X[J]:7:5);
END;
CLOSE (ARQ);

REPEAT UNTIL KEYPRESSED;
END;

BEGIN
TEXTCOLOR (WHITE);
CLRSCR;
REPEAT
TEXTBACKGROUND (RED);
CLRSCR;
GOTOXY (30,1);
WRITELN ('MENU INICIAR');
GOTOXY (1,11);
WRITELN ('1-ROCKING CURVE CASO BRAGG SIM TRICO SEM ABSOR AO "CURVA DE
DARWIN", ESCALA Y');
GOTOXY (1,12);
WRITELN ('2-FATOR DE EXTIN AO COM ABSOR AO');
GOTOXY (1,13);
WRITELN ('3-ROCKING CURVE CASO BRAGG SIM TRICO C/ ABSOR AO "CURVA DARWIN-
PRINCE"');
GOTOXY (1,14);
WRITELN ('4-ROCKING CURVE CASO BRAGG SIMETRICO C/ ABSORCAO, ESCALA THETA');
GOTOXY (1,15);
WRITELN ('5-PI/2');
GOTOXY (1,16);
WRITELN ('6-SAIR');
GOTOXY (1,17);
WRITELN ('DIGITE A OP AO');
GOTOXY (1,18);
READLN (OPCAO);
TEXTBACKGROUND (BLUE);
CLRSCR;
CASE OPCA OF

1: CALCULA (X,Y,E);
2: CALCULA2 (X,Y,E);
3: CALCULA3 (X,Y,E);
4: CALCULA4 (X,Y,E);
5: CALCULA5 (X,Y,E);
6: FIM:=TRUE;

END;
REPEAT UNTIL KEYPRESSED;
END.

```

Referências Bibliográficas

- [1] Holý, V.; Hlávka J.; Kubena, J. **On the Correlation of X-Ray Generated Photoconductivity with the X-ray Reflection Curve in Silicon.** Phys. Stat. Sol. (a) **90**, K87, 1985.
- [2] Jach, T.; Novotny, D.; Carver, G.; Geist, J.; Spal, R. D. **An X-ray Monochromator Crystal Which Detects the Bragg Condition.** Nucl. Instr. Meth. **A263**, 522-524, 1988.
- [3] Zheludeva, S.I.; Kovalchuk, M.V.; Kohn, V.G. **The photoelectric voltage excited by an x-ray standing waves in semiconductors with a p-n junction.** J. Phys. C: Solid State Phys. **18**, 2287-2304, 1984.
- [4] Jach, T. **The instrumentation of X-ray beam lines with PIN diode detectors.** Nucl. Instr. Meth. **A299**, 76-79, 1990.
- [5] Cusatis, C.; Udron, D.; Mazzaro, I.; Giles, C.; Tolentino, H. **X-ray Back-Diffraction Profiles with an Si(111) Plate.** Acta Cryst. **A52**, 614-620, 1996.
- [6] Shvyd'ko, Y.V.; Gerdau, E.; Jäschke, J.; Leupold O.; Lucht M.; Rüter, H.D. **Exact Bragg backscattering of x rays.** Physical Review B **57(9)**, 4968-4971, 1998.

- [7] Stepanov, S.A.; Kondrashkina, E.A.; Novikov, D.V. **X-ray surface back diffraction.** Nucl. Instr and Meth., **A301**, 350-357, 1991.
- [8] Nikulin, A.Y.; Davis, J.R.; Jones, N.T.; Usher, B.F.; Souvorov, A.Y.; Freund, A. **Experimental Observation of X-ray Diffraction from Thin Crystalline Film at a 90° Bragg Reflection.** Phys. Stat. Sol.(a) **179**, 103, 2000.
- [9] Nikulin, A.Y.; Tamasaku, K.; Usher, B.B.; Ishikawa, T. **Experimental Studies of 90° Bragg Reflection from a Sub-Micron $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ Single-Crystal Film Deposited on a GaAs Substrate.** J.J.A.P. **40** (2A), 898-903, 2001.
- [10] Pinsker, Z.G. **Dynamical Scattering of X-rays in Crystals.** Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1978.
- [11] Batterman, B.W.; Cole, H. **Dynamical Diffraction of X rays by Perfect Crystals.** Reviews of Modern Physics **36**, 681-717, 1964.
- [12] Giles, C. **Difração de Raios x em ângulos de Bragg em torno de $\pi/2$.** Dissertação de Mestrado, UFPR, 1991.
- [13] Knoll, G.F. **Radiation Detection and Measurement.** Wiley, Second Edition, 1989.
- [14] Caticha, A.; Caticha-Ellis, S. **Dynamical theory of x-ray diffraction at Bragg angles near $\pi/2$.** Physical Review B **25**(2), 971-982, 1982.

- [15] Pullia, A.; Kraner, H.W.; Siddons, D.P.; Furenlid, L.R.; Bertuccio, G. **Silicon Detector System for High Rate EXAFS Applications**. IEEE Trans. on Nucl. Sci. 42(4), 585-589, 1995.
- [16] Catálogo de produtos EG&G Ortec, Modular Pulse-Processing Electronics and Semiconductor Radiation Detectors, 1997/1998.
- [17] Tanner, B.K.; **X-ray Diffraction Topography**. Pergamon Press, First Edition, 1976.
- [18] Lang, A.R. **Some Recent Applications of X-Ray Topography**. Advances in X-ray Analysis (10). Plenum Press, 1966.
- [19] Bertuccio, G., Rehak, P., Xi, D. **A novel charge sensitive preamplifier without the feedback resistor**. Nucl. Instr. and Meth., A326, 71-76, 1993.
- [20] Rodrigues, A.R.D; Cusatis, C.; Mazzaro, I. **Construção, Calibração e Exemplos de Aplicações de um Difrátômetro de Duplo Eixo**. Revista de Física Aplicada e Instrumentação, 2(4), 1987.
- [21] Hönnicke, M.G.; Mazzaro, I.; Cusatis, C.; Etgens, V.H. **Câmara Para Topografia de Raios x Com Translação Elástica**. Anais do XXII Encontro Nacional da Física da Matéria Condensada, São Lourenço, MG, 1999.

- [22] Correa, M.C.; Tolentino, H.; Craievich A.; Cusatis, C. **A 2-Crystal Monochromator For The UVX Ring Of LNLS**; Rev. Sci. Instrum. **63**(1), 896 Part 2B, 1992.
- [23] Rodrigues, A.R.D., Scorzato, C.R., Cusatis, C. SBPC Supl. Ciên. e Cult., **38**, 7, 428, 1986).
- [24] Afanasev, A.M.; Imamov, R.M.; Maslov, A.V.; Pashaev, E. M. **Photoeffect in X-Ray Grazing Incidence Diffraction**. Phys. Stat. Sol.(a) **84**, 73, 1984.
- [25] DuMond, J.W.M. **Theory of the Use of More Than Two Successive X-ray Crystal Reflections to Obtain Increased Resolving Power**. Physical Review **52**, 872-883, 1937.
- [26] Möller, M.O. **Apparatus Function of a Five-Crystal X-ray Diffractometer with a Four-Reflection Monochromator**. J. Appl. Cryst. **27**, 369-378, 1994.
- [27] Sanchez del Rio, M.; Dejus, R.J. **X-ray Oriented Programs (XOP 2.0)**, 2000.
- [28] Mohr, P.J.; Taylor, B.N. **CODATA recommended values of the fundamental physical constants: 1998**. Rev. of Modern Phys. **72**(2), 351-495, 2000.
- [29] Bearden, J.A. **X-Ray Wavelengths**. Rev. of Modern Phys. **39**(1), 78-124, 1967.
- [30] Nikulin, A.Y.; Davis, J.R.; Cookson, D.J. **Three-Dimensional Diffraction Phenomenon at a 90° Bragg Reflection**. Phys. Stat. Sol.(a) **169**, 3, (1998).

- [31] Sutter, J.P.; Alp, E.E.; Hu, M.Y.; Lee, P.L.; Sinn, H.; Sturhahn, W.; Toellner, T.S.; Bortel, G.; Colella, R. **Multiple-beam x-ray diffraction near exact backscattering in silicon**. *Physical Review B* **63**(9), 094111, 1-12, 2001.
- [32] Hashizume, H.; Nakahata, T. **X-ray Diffraction Profiles for near 180° Scattering from Mosaic Crystals**. *J.J.A.P.* **27** (8), 1568-1571, 1988.
- [33] Nakahata, T.; Hashizume, H.; Oshima, M.; Kawamura, T. **X-ray Diffraction Curves from Mosaic Crystals at Near-Normal Incidence Angles**. *J.J.A.P.* **28** (7), 1300-1303, 1989.
- [34] Bartels, W.J. **Characterization of thin layers on perfect crystals with a multipurpose high resolution x-ray diffractometer**. *J. Vac. Sci. Technol.B* **1**(2), 1983.
- [35] Slusky, S.E.G.; Macrander, A.T. **X-ray Diffraction with a Four-Reflection Monochromator**. *J. Appl. Cryst.* **20**, 522-528, 1987.